

CLAIMS

1. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials comprising an autoclave (1) with pressure and temperature control, inside which are placed the cellulosic materials to be treated, with a number of physical and chemical processes ensuing which cause physical and chemical changes in the substrate of said cellulosic materials; a solvent bottle (2) connected to autoclave (1); a loading cell (13) on which is placed solvent bottle (2) and which is used to program the amount of solvent for each process; a dosification tank (8) for concentrated reagent to introduce the correct amount of reagent depending on the weight of the material to be treated, characterised in that it is provided with a tank (3) for gravity collection of the residual solution arriving from autoclave (1) for its subsequent recovery.
2. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 1, characterised in that the residual solution collection tank (3) has a refrigeration system (14) used during emptying of autoclave (1).
3. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 1, characterised in that the connection between autoclave (1) and the residual solution collection tank (3) can be opened and closed by a manual or automatic valve (NV5, VM6).
4. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that the residual solution

collection tank (3) has a heating system (14) for heating it which is used to distil the solvent contained in the residual solution.

5. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that the solvent bottle (2) has an external refrigeration system.

6. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 5, characterised in that el refrigeration system comprises a hermetic compressor (C), a condenser and a refrigerating jacket which envelops the top part of solvent bottle (2).

7. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that the solvent bottle (2) has a heating system (10).

8. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 4, characterised in that it has a heat exchanger (6) which optimises the refrigeration de the solvent bottle (2) and uses the heat generated to heat the residual solution collection tank (3).

9. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that the residual solution collection tank has an inlet for a cleaning fluid, specifically anhydrous n-propanol, or air.

10. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 9, characterised in that the residual solution collection tank (3) has an evacuation valve (VM7) for the suspension formed after the distillation process.

11. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that it has a vacuum pump (B) connected to autoclave (1).

12. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that it has a loading cell (11) on which is placed the dosification tank (8) of concentrated reagent.

13. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that it has a programmable robot for controlling the processes of the unit automatically.

14. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 13, characterised in that it has a touch screen from which the type and stages of the process may be selected according to the amount of material to be treated.

15. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 14, characterised in that it has a series of pneumatic valves controlled by the robot and activated by the touch screen connected to the robot.

16. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 14, characterised in that it has a set of electro-valves which open or close passage in several stages of the process.

17. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that it has a series of manual valves related to maintenance, replacing liquids or inlet of reagents and solvent.

18. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that it has a recharging bottle (12) connected to the system for recharging solvent bottle (2) according to the losses caused during the process.

19. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that autoclave (1) has a lid with a hermetic seal, a pressure gauge, a safety valve, temperature control thermocouple inside autoclave (1), a pressure and vacuum measurement system, an external temperature control gauge and heating bands on the outside wall of autoclave (1).

20. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that it has as safety measures a safety valve in the upper section of the solvent bottle (2) and a safety valve in the upper part of residual solution collection tank (3).

21. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that it has a filter indicating humidity absorption in the connection duct of solvent bottle (2) to the rest of the system.

22. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 6, characterised in that it has a de-icing system to eliminate frost on the jacket covering solvent bottle (2) which forms during the distillation process, comprising a fan (V) driven by a motor (M) and a heating resistance (R).

23. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 22, characterised in that it has a valve in said jacket for automatic outlet of condensates.

24. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in any of the above claims, characterised in that the dosification tank (8) of concentrated reagent is connected to autoclave (1) so that the correct amount of concentrated reagent passes directly to autoclave (1) where the final desired concentration will be later obtained by direct conduction of solvent from the solvent bottle (2) to the inner chamber of autoclave (1).

25. Device for mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 24, characterised in that autoclave (1) has an inlet for solvent and concentrated reagent which is alternately connected to dosification tank (8) of concentrated reagent or to the pure solvent bottle (2).

26. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials with the equipment of previous claims, characterised by the following stages:

- drying or dehydration of the cellulosic material in the autoclave chamber;
- dosification of an active deacidifying product;
- impregnation of the cellulosic material by contact with a solution del active deacidifying product in the autoclave chamber;
- emptying by gravity pouring of the residual solution from the autoclave to the residual solution tank; and
- solvent recovery by distillation of the residual solution with transfer of the distilled solvent from the residual solution tank to the solvent bottle.

27. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 26, characterised in that transfer of the residual solution from the autoclave to the residual solution tank takes place not only under gravity but also by cooling of the residual solution tank.

28. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 or 27, characterised in that the drying of the cellulosic material is performed by intermittent hot air inlet and vacuum cycles.

29. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 28, characterised in that after inlet of air the air is heated for the required time to reach a given temperature, maximum 50°C, with the pressure in the autoclave increasing due to the temperature increase.

30. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 28, characterised in that the vacuum cycle takes place by means of a vacuum pump and a pressure gauge until a vacuum of 30 to 40 millibars is obtained.

31. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 28, characterised in that the number of vacuum and air inlet cycles is a function of the mass of cellulosic material.

32. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claims 28 to 31, characterised in that for an autoclave with a capacity of about 80 litres, preferably between 10 and 50 vacuum and hot air inlet cycles are performed for about 8 minutes to dry a mass of 20 to 60 kg of cellulosic material.

33. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claims 26 to 32, characterised in that the humidity of the cellulosic material after drying is between 2 and 2.5%.

34. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claims 26 to 32, characterised in that the last cycle in the series of drying cycles is a vacuum cycle which leaves the autoclave in a vacuum state, used to force entry of reagents during the dosification stage.

35. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claims 26 to 34, characterised in that the dosification stage comprises a stage for entry of the concentrated reagent in a set amount from the dosification tank

(8) to the bottom of the autoclave by action of a vacuum generated in the autoclave in the last drying cycle, so that the concentrated reagent does not touch the cellulosic material, and a stage of dilution of the concentrated reagent to a given concentration.

36. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 35, characterised in that the reagent used is magnesium di-n-propylate carbonate diluted in HFC 227 and a small amount of n-propanol.

37. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 36, characterised in that the concentration of reagent in the dosification tank (8) is preferably 50-70% by weight of pure reagent.

38. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 35 to 37, characterised in that the reagent dilution stage consists of passing a certain amount of solvent from solvent bottle (2) to the autoclave.

39. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 38, characterised in that transfer of solvent from solvent bottle (2) to the autoclave is achieved with the aid of heating said bottle by means of a heating system (10).

40. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 35 to 39, characterised in that the amounts of concentrated reagent and of solvent added to the autoclave are determined depending on the final reagent concentration desired and are automatically dosed by corresponding loading cells on which are placed the tanks of concentrated reagent and of solvent.

41. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 35 to 40, characterised in that the concentration by weight of pure reagent after dosification is between 2.0% and 4.5% depending on the pH of the cellulosic material to be treated.

42. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 41, characterised in that the impregnation stage begins after the necessary reagents are added to the autoclave, and lasts up to 3 hours depending on the weight of the cellulosic material.

43. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 42, characterised in that the emptying stage takes place after the end of the impregnation stage and in that after transfer of the residual solution to its tank the cellulosic material is removed from the autoclave chamber.

44. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 43, characterised in that emptying of the autoclave is further aided by heating it.

45. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 44, characterised in that recovery of the solvent takes place by distillation of the residual solution emptied from the autoclave in the emptying stage.

46. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 45, characterised in that said distillation takes place by heating the residual solution tank and passing the vapours to solvent bottle (2), refrigerating said bottle in order to recover the solvent.

47. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 46, characterised in that the distillation process takes place simultaneously to the drying process of a new batch of cellulosic material.

48. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 47, characterised by a cleaning stage of the residual solution collection tank which consists of adding a cleaning product, specifically n-propanol, and gurgling by entering air in said tank forming a suspension which may be extracted by opening a discharge valve of the tank.

49. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 48, characterised in that after a number of processes the weight loss of the solvent tank is checked and it is recharged if required using an external pump connected to said tank in the places provided for this purpose.

50. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 49, characterised in that by means of an additional process it is possible to disinfest the cellulosic material.

51. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 50, characterised in that the disinfestation stage takes place simultaneously to the drying or impregnation stages.

52. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 51, characterised in that the disinfestation stage consists of creating a vacuum in the autoclave and entering nitrogen, carbon dioxide or HFC 227 and leaving it for sufficient time to eliminate insects and larvae due to lack of oxygen.

53. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 52, characterised in that disinfestation lasts between 4 and 6 hours and pressurised gases at up to 2 bars are employed.

54. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 53, characterised in that there is a results control stage at the end of the process.

55. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as claimed in claim 53 characterised in that the results control consists of determining the magnesium distribution in the treated material before and after treatment by means of a scanning electron microscope (SEM), and by identification and quantitative determination by scanning with an electronic microprobe and determination of the pH with a plane electrode in several parts of the pages selected by random sampling.

56. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 54 or 55, characterised in that transverse cuts are made in the cellulosic material in order to observe the distribution of magnesium particles along the incision.

57. Procedure for the mass deacidification, elimination of free acidity and disinfestation of cellulosic materials as in claims 26 to 56, characterised in that the process is controlled automatically by a robot.

58. Procedure for drying using the equipment of claims 1 to 25, characterised in that drying of the cellulosic material occurs with intermittent cycles of vacuum and hot air inlet.

59. Procedure for drying as claimed in claim 58, characterised in that after the air intake said air is heated for the time required to reach a certain temperature of maximum 50°C, with the pressure inside the autoclave increasing due to the increase in temperature.

60. Procedure for drying as claimed in claim 58, characterised in that the vacuum cycle is obtained using a vacuum pump and a pressure gauge until a vacuum of 30 to 40 millibars is reached.

61. Procedure for drying as claimed in claim 58, characterised in that the number of vacuum and air intake cycles depends on the mass of the cellulosic material.

62. Use of the procedure and device of the above claims in for treating books or any other materials printed on paper.

REC'D 05 SEP 2001

WIPO

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 2000154	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/ES00/00188	International filing date (day/month/year) 26/05/2000	Priority date (day/month/year) 27/05/1999
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC D21H25/18		
Applicant UNIVERSIDAD POLITECNICA DE CATALUNA et al.		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.



2. This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.

- ☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e. sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 15 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☒ Certain defects in the international application
- VIII ☒ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 26/12/2000	Date of completion of this report 03.09.2001
Name and mailing address of the international preliminary examining authority:  European Patent Office D-80298 Munich Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Authorized officer Haderlein, A Telephone No. +49 89 2399 2095 

**INTERNATIONAL PRELIMINARY
EXAMINATION REPORT**

International application No. PCT/ES00/00188

I. Basis of the report

1. With regard to the **elements** of the international application (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rules 70.16 and 70.17)*):

Description, pages:

1-47 as originally filed

Claims, No.:

1-62 as received on 06/08/2001 with letter of 02/08/2001

Drawings, sheets:

1/10-10/10 as originally filed

2. With regard to the **language**, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language: English, which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of the international search (under Rule 23.1(b)).
☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
☒ the language of a translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
☐ filed together with the international application in computer readable form.
☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished

4. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages:
☐ the claims, Nos.:

**INTERNATIONAL PRELIMINARY
EXAMINATION REPORT**

International application No. PCT/ES00/00188

☐ the drawings, sheets:

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed (Rule 70.2(c)):

(Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.)

6. Additional observations, if necessary:

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Yes:	Claims	1-36,38,40-61
	No:	Claims	37,39,62
Inventive step (IS)	Yes:	Claims	
	No:	Claims	1-36,38,40-61
Industrial applicability (IA)	Yes:	Claims	1-62
	No:	Claims	

2. Citations and explanations
see separate sheet

VII. Certain defects in the international application

The following defects in the form or contents of the international application have been noted:
see separate sheet

VIII. Certain observations on the international application

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:
see separate sheet

**INTERNATIONAL PRELIMINARY
EXAMINATION REPORT - SEPARATE SHEET**

International application No. PCT/ES00/00188

A. Re Item VIII and V (Certain observations on the international application; and reasoned statement under Rule 66.2(a)(ii) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement)

A.1 Clarity and conciseness

- i) It seems that an essential feature is missing in claim 37 (Art. 6 PCT). According to the description and claim 1 (which refers to claim 37) the distillation of the recovered solvent is essential to the claimed subject-matter (cf. the PCT Guidelines, III-4.3). In order to proceed to such a distillation step, however, it is necessary that the residual solution collection tank comprise a heating system. This feature only appears in claim 40.
- ii) The present set of claims does not fulfil the requirement of conciseness set forth in Art. 6 PCT. An excess number of claims should be avoided. In particular, features of ordinary design procedure such as valves and the like should not constitute the subject of a dependent claim.

A.2 Novelty

- i) The expression "a tank for gravity collection" in claim 37 is interpreted as "a tank suitable for gravity collection". Since any tank is suitable for gravity collection when it is placed at a lower level than the autoclave, and taking into account the above mentioned clarity objections, claim 37 can be read onto the document **WO-A-9104800 (D1)**. In particular, reference is made to p.8, li. 27-31, of the cited document. Also, claim 39 can be read onto that document. Consequently, the claimed subject-matter does not comply with Art. 33(2) PCT.
- iii) The use of the known device of claim 37 according to claim 62 is not novel in view of document D1 (Art. 33(2) PCT).

A.3 Inventive step

- i) Taking into account the above mentioned clarity objections, the essential feature missing in claim 37 can be found in claim 40. The problem solved by the subject-matter of claim 4 is considered to be an alternative to the solution of the closest prior art, i.e. D1, where the recovery of the solvent for further use is being done by filtration (cf. filter 90). Such alternative, however, is an operation being one of the

known basic techniques the skilled person can choose from. Consequently, the subject matter of claim 40 is not inventive (Art. 33(3) PCT). Also, the subject-matter of claim 38 does not seem to comprise an inventive step (Art. 33(3) PCT).

- ii) The subject-matter of independent process claim 1 does not involve an inventive step for the same reasons as mentioned above [at A.3.i)] (Art. 33(3) PCT).
- iii) The subject-matter of all remaining claims seem to contain only features of ordinary design procedure and seem therefore not to involve any inventive step. Moreover, is not apparent what technical problem is solved by the subject-matter of said claims (Article 33 (3) PCT).

A.4 Industrial Applicability

The possibilities of industrial application arise from throughout the description [Art. 33(1)(3)].

B. Re Item VII (Certain defects in the international application)

The drawings do not comply with Art. 6 PCT since they contain terms in Spanish language. Also, there are many reference signs (e.g. "5022" etc.) in the drawings which cannot be found in the description [Rule 11.13(i)].

C. Further remarks

When filing a new set of claims in any regional phase the Applicant should indicate in the accompanying letter the difference of the subject-matter of the new claims vis-à-vis the state of the art (i.e. D1) and the significance thereof.

F. ENT COOPERATION TREA . .

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Commissioner
 US Department of Commerce
 United States Patent and Trademark
 Office, PCT
 2011 South Clark Place Room
 CP2/5C24
 Arlington, VA 22202
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE
 in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year) 18 April 2001 (18.04.01)	
International application No. PCT/ES00/00188	Applicant's or agent's file reference 2000154
International filing date (day/month/year) 26 May 2000 (26.05.00)	Priority date (day/month/year) 27 May 1999 (27.05.99)
Applicant AREAL GUERRA, Rogelio	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:
26 December 2000 (26.12.00)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was

☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Authorized officer Pascal Piriou Telephone No.: (41-22) 338.83.38
---	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/ES 00/00188

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 : D21H 25/18

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 : D21H, B05C, B05D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPODOC, WPIL, PAJ, CIBEPAT

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	ES 2125792 A (UNIVERSITAT POLITECNICA DE CATALUNYA) 01 March 1999 (01.03.99) the whole document	1, 5, 11, 26
A	WO 91/04800 A (FMC CORPORATION) 18 April 1991 (18.04.91) the whole document	1, 5-7, 11, 26
A	US 5120500 A (EGGERSDORFER et al) 09 June 1992 (09.06.92).	1, 5, 26
A	US 52823320 A (WEDINGER et al) 01 February 1994 (01.02.94) The whole document	1, 26
A	WO 9003466 A (LITHIUM CORPORATION OF AMERICA) 05 April 1990 (05.04.90)	

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 August 2000 (29.08.00)

Date of mailing of the international search report

02 September 2000 (02.09.00)

Name and mailing address of the ISA/

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/ ES 00/00188

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
ES 2125792	01.03.1999	NONE	
WO 9104800	18.04.1991	AU 6502790 A	28.04.1991
US 5120500	09.06.1992	CA 2009621 A	11.08.1990
		DE 3904111 A	16.08.1990
		EP 386436 A	12.09.1990
		AT 104385 T	15.04.1994
US 5282320	01.02.1994	NONE	
WO 9003466	05.04.1990	AU 4079589 A	05.04.1990
		EP 388448 A	26.09.1990
		JP 2503699 T	01.11.1990
		HU 53682 A	28.11.1990
		BR 8907106 A	05.02.1991
		ES 2018927 A	16.05.1991
		US 5104997 A	14.04.1992
		US 5208072 A	04.05.1993
		CA 1328460 A	12.04.1994
		AT 125588 T	15.08.1995
		DE 68923609 T	29.02.1996

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional n°
PCT/ ES 00/00188

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

CIP⁷ D21H 25/18

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y la CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima consultada (sistema de clasificación, seguido de los símbolos de clasificación)

CIP⁷ D21H, B05C, B05D

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

EPODOC, WPIL, PAJ, CIBEPAT

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones n°
A	ES 2125792 A (UNIVERSITAT POLITECNICA DE CATALUNYA) 01.03.1999. Todo el documento	1,5,11,26
A	WO 91/04800 A (FMC CORPORATION) 18.04.1991. Todo el documento	1,5-7,11,26
A	US 5120500 A (EGGERSDORFER et al) 09.06.1992. Todo el documento	1,5,26
A	US 5282320 A (WEDINGER et al) 01.02.1994. Todo el documento	1,26
A	WO 9003466 A (LITHIUM CORPORATION OF AMERICA) 05.04.1990	

☐ En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos ☒ Los documentos de familia de patentes se indican en el anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T" documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.	"X" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.	"Y" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"&" documento que forma parte de la misma familia de patentes.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.	
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.	

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional. 29 Agosto 2000 (29.08.2000)

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional

12 SEP 2000 12.09.00

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional O.E.P.M.
C/Panamá 1, 28071 Madrid, España.
n° de fax +34 91 3495304

Funcionario autorizado
JESUS HERNÁNDEZ CERDÁN

n° de teléfono + 34 91 3495509

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL
 Información relativa a miembros de familias de patentes

Solicitud internacional n°

PCT/ ES 00/00188

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de publicación
ES 2125792	01.03.1999	NINGUNO	
WO 9104800	18.04.1991	AU 6502790 A	28.04.1991
US 5120500	09.06.1992	CA 2009621 A	11.08.1990
		DE 3904111 A	16.08.1990
		EP 386436 A	12.09.1990
		AT 104385 T	15.04.1994
US 5282320	01.02.1994	NINGUNO	
WO 9003466	05.04.1990	AU 4079589 A	05.04.1990
		EP 388448 A	26.09.1990
		JP 2503699 T	01.11.1990
		HU 53682 A	28.11.1990
		BR 8907106 A	05.02.1991
		ES 2018927 A	16.05.1991
		US 5104997 A	14.04.1992
		US 5208072 A	04.05.1993
		CA 1328460 A	12.04.1994
		AT 125588 T	15.08.1995
		DE 68923609 T	29.02.1996

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN
EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad
Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
7 de Diciembre de 2000 (07.12.2000)

PCT

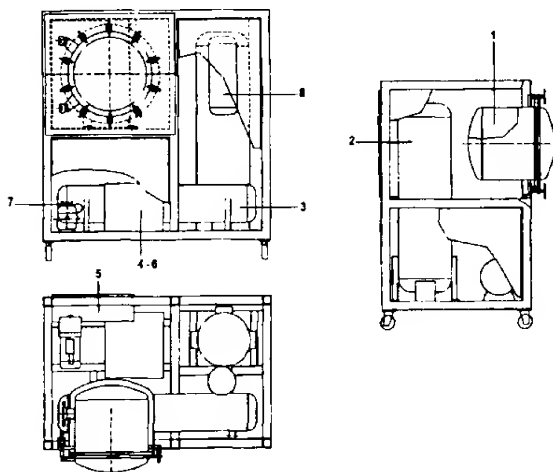
(10) Número de Publicación Internacional
WO 00/73584 A1

- (51) Clasificación Internacional de Patentes⁷: D21H 25/18
- (21) Número de la solicitud internacional: PCT/ES00/00188
- (22) Fecha de presentación internacional:
26 de Mayo de 2000 (26.05.2000)
- (25) Idioma de presentación: español
- (26) Idioma de publicación: español
- (30) Datos relativos a la prioridad:
P 9901152 27 de Mayo de 1999 (27.05.1999) ES
- (71) Solicitante (para todos los Estados designados salvo US):
UNIVERSIDAD POLITECNICA DE CATALUÑA
[ES/ES]; Colom, 15, E-08222 Terrassa (ES).
- (72) Inventor; e
- (75) Inventor/Solicitante (para US solamente): AREAL
GUERRA, Rogelio [ES/ES]; Colom, 15, E-08222 Ter-
rassa (ES).
- (74) Mandatario: CARPINTERO LOPEZ, Francisco; Her-
rero & Asociados, S.L., Alcalá, 35, E-28014 Madrid (ES).
- (81) Estados designados (nacional): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ,
DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR,
HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR,
LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ,
NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) Estados designados (regional): patente ARIPO (GH, GM,
KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), patente

[Continúa en la página siguiente]

(54) Title: DEVICE AND METHOD FOR MASS DEACIDIFICATION, ELIMINATION OF FREE ACIDITY AND DISINFES-
TATION OF CELLULOSIC MATERIAL

(54) Título: EQUIPO Y PROCEDIMIENTO PARA DESACIDIFICACION EN MASA, ELIMINACION DE LA ACIDEZ LIBRE
Y DESINFESTACION DE MATERIALES CELULOSICOS



(57) Abstract: The device is formed by an autoclave (1), a solvent receptacle or deposit (2), a collecting tank (3) to collect by gravity and cool the residual solvent coming from the autoclave (1) for further recycling, a tank for dosing a concentrated reactant (4) that is dosed according to the weight of the cellulosic material to be treated, a receptacle (5) that can be connected to the system by means of fast connecting elements to recharge the deposit (2), a compressor unit (C), a cooling system (R) and a vacuum receptacle (8). The above-mentioned array is controlled by an automaton assisted by a screen, from which the steps and type of process are selected depending on the amount of cellulosic material to be treated. Said device forms a transportable assembly and is to a certain extent portable.

[Continúa en la página siguiente]

WO 00/73584 A1



euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),
patente europea (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR,
GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), patente OAPI (BF,
BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

*Para códigos de dos letras y otras abreviaturas, véase la sección
"Guidance Notes on Codes and Abbreviations" que aparece al
principio de cada número regular de la Gaceta del PCT.*

Publicada:

— *Con informe de búsqueda internacional.*

(57) **Resumen:** El equipo está formado por un autoclave (1), una bombona o depósito de disolvente (2), un depósito (3) de recogida por gravedad y enfriamiento de la disolución residual procedente del autoclave (1), para su posterior recuperación, un depósito dosificador de reactivo concentrado (4), dosificado en función del peso de material celulósico a tratar, una bombona (5) acoplable mediante enchufes rápidos al sistema para recargar el depósito (2), un grupo compresor (C), un sistema de refrigeración (R) y una bomba de vacío (8). El conjunto descrito está gobernado por un autómata programable asistido por una pantalla desde la que se seleccionan los pasos del proceso y el tipo del mismo, según la cantidad de materiales celulósicos a tratar, constituyendo un conjunto transportable y en cierta medida "portátil".



1

EQUIPO Y PROCEDIMIENTO PARA DESACIDIFICACIÓN EN MASA,
ELIMINACIÓN DE LA ACIDEZ LIBRE Y DESINFESTACIÓN DE
MATERIALES CELULÓSICOS

5 CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un equipo y a un
procedimiento para la desacidificación en masa de
materiales celulósicos, con eliminación paralela de la
10 acidez libre y desinfestación del material tratado, y ha
sido especialmente concebido para la preservación y
tratamiento de los libros, documentos, prensa, mapas,
tejidos celulósicos y obras gráficas sobre papel, con los
que se consigue una máxima eficacia tanto desde el punto
15 de vista de seguridad, como de calidad, así como un
ahorro energético significativo y un mayor grado de
automatismo al incorporarse un autómata que gobierna el
proceso y una pantalla que permite visualizar el
desarrollo del mismo.

20

El equipo y procedimiento de la invención resultan
especialmente idóneos para resolver la problemática de los
archivos y bibliotecas con fondos documentales de cierta
antigüedad, preferentemente desde finales del siglo XVIII
25 hasta 1960, concretamente en orden a la conservación y
preservación de los mismos, con el objetivo final de
lograr una permanencia y durabilidad adecuadas en el
tiempo.

30 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los problemas de los archivos y bibliotecas con fondos documentales antiguos se centran actualmente en la conservación y preservación de los mismos, con el objetivo final de lograr una permanencia y durabilidad adecuadas en el tiempo; estas condiciones no se cumplen en casi la totalidad de las bibliotecas y archivos, por lo que se precisan actuaciones más expeditivas en la dirección de una restauración adecuada.

10 Dado que la mayor parte de los procedimientos de restauración son manuales, ésta resulta muy cara y lenta. El coste de restauración de libros y documentos deteriorados resulta prohibitivo, a no ser que se trate de incunables o ejemplares muy escasos y de valor
15 incalculable desde el punto de vista documental, estético o histórico.

Uno de los problemas más acuciantes que se plantean en la conservación del papel de los libros y otros
20 materiales celulósicos (tejidos, documentos, periódicos, etc.) es la acidez del papel, fenómeno debido a la propia naturaleza del papel que ha sido obtenido a partir de fibras celulósicas procedentes de la madera con aditivos como el alumbre y la colofonia, y a factores externos,
25 tales como: calor, contaminantes ácidos, ozono, humedad elevada y temperaturas excesivas. La acidez es una de las causas de la destrucción del papel. Por ello, desde hace una década, se recomienda investigar en el desarrollo de tratamientos de desacidificación en masa para salvar los
30 grandes fondos documentales, en grave riesgo de destrucción por el problema del papel ácido procedente

fundamentalmente de los siglos XVIII (finales), XIX y XX.

Los diferentes sistemas de desacidificación en masa ensayados, coinciden en el objetivo de abaratar costes en la restauración con resultados distintos a los que se obtienen por procedimientos manuales. El coste por hora de trabajo de un restaurador se sitúa entre 1.800 y 2.000 Pta. en España, en centros de restauración oficiales, empleando los sistemas convencionales, con los que un libro de 500 páginas exige un tiempo aproximado de 70 horas, más 15 horas para el cosido y encuadernación. Por lo tanto, un restaurador-encuadernador, que trabaje 1.750 horas al año aprovechando tiempos muertos para encuadernar, podrá restaurar unos 20 libros/año (entre 175.000 y 158.000 Pta./libro). Estos datos hacen prohibitivo una política global de restauración.

Se han desarrollado algunos procesos de desacidificación en masa, pero se puede afirmar que ninguna de las tecnologías ofertadas cumple al 100% con todos los criterios de calidad recomendados, tales como la preselección del material a restaurar, presecado, duración del tratamiento, efecto sobre las tintas, colores, cubiertas, neutralización de la acidez del papel, pH final, reserva alcalina, riesgos para la salud de los operadores y lectores, impacto ambiental, coste del equipo y coste del tratamiento.

El estado actual de la técnica se describe, entre otros documentos, en la solicitud de patente PCT WO 90/03466, de Lithium Corporation of America, que describe

un método de tratamiento en masa de material celulósico que comprende la desacidificación del papel, que consiste en poner el papel en contacto con soluciones en hidrocarburos o haloclorocarburos de ciertos metoxi y butoxi polietilenglicoles de magnesio, que han sido
5 tratados con dióxido de carbono para proporcionar soluciones de baja viscosidad y más estables frente a la humedad.

10 En el artículo del Dr. Robert S. Wedinger, Restaurator, Vol. 12, pp 1-17 (1991), se describe una tecnología de desacidificación en masa que consiste en desarrollar una serie de compuestos para desacidificación y fortalecimiento del papel de forma simultánea. El
15 compuesto específico utilizado es el butoxitriglicolato de magnesio carbonatado (MG-3), que neutraliza los componentes ácidos del papel. Este proceso ha sido abandonado en 1997 debido, entre otras causas, a la lenta difusión del reactivo y a las interacciones que se
20 producen entre los glicoles y la celulosa (R. Areal, J.M. Gibert y J.M. Dagá, The Effect of Aqueous Solutions of Alkoxypolyethylene glycols on the Mechanical Properties of Paper; comunicación en el Interimg Meeting of the ICOM-CC Working Groups 20-22 April 1998. Graphic Documents.
25 Stugard. Ludwigsburg, Alemania; y R. Areal, J.M. Gibert y J.M. Dagá, The Effect of Aqueous Solutions of Alkoxypolyethylene glycols on the Mechanical Properties of Paper, en la revista Restaurator, 19, 187-211, (1998). Estos reactivos no tienen relación con la invención que se
30 describirá a continuación, han sido ensayados en el laboratorio de los inventores y se ha demostrado que se

produce un aumento de volumen de la celulosa por eliminación de puentes de hidrógeno en el material celulósico y un hinchamiento de las hojas de papel, con un aumento del grosor por medida con un micrómetro. La
5 resistencia a la tracción disminuye con el envejecimiento acelerado del papel, por lo que los resultados obtenidos con el empleo de esos reactivos son poco fiables.

En el artículo de Peter Schwerdt, en Sauvegarde et
10 Conservation, Actes des Journées Internationales d'Études de l'ARSAC, París 30 Septiembre-4 Octubre 1991, pp 213-216, se describe un sistema de desacidificación en masa para la Deutsche Bibliothek de Leipzig, que comprende las siguientes fases de tratamiento para libros y papeles
15 ácidos: presecado, desacidificación, secado.

La solicitud de patente PCT WO 91/04800 (FMC Corporation) y la patente US 5.282.320 (Wedinggwe y col.) describen una máquina cuyas dimensiones indican que es un
20 sistema inamovible tipo fábrica de restauración de libros, sin métodos de dosificación eficaces y doubles autoclaves de tratamiento.

En la patente US nº 5.120.500 (Instituto Batelle) se
25 describe un proceso para la desacidificación en masa no contaminante de libros y otros productos de papel e impresos, de dimensiones semejantes a la diseñada por FMC en relación a su tamaño, siendo, por tanto, una fábrica de restauración compuesta por los procesos de presecado de
30 estos productos mediante radiaciones de alta frecuencia al vacío, tratamiento con soluciones para la

desacidificación, y eliminación posterior de los disolventes utilizados también mediante secado al vacío con radiaciones de alta frecuencia. Este último tipo de presecado y el secado final han sido sustituidos por los
5 métodos convencionales utilizando calor y vacío, debido a las alteraciones que presentaban la acción de las microondas sobre las hojas de los libros, debido a la movilidad de las partículas metálicas existentes adheridas a la superficie de las hojas. Emplea como disolvente
10 hexametil-disiloxano y un aducto formado por etóxido de magnesio y etóxido de titanio como agentes desacidificantes. No indican el tiempo de presecado. El sistema globalmente no está relacionado con nuestra invención.

15

En la patente GB 1.582.265 (Batelle Ingenieurtechnik) se describe un procedimiento por el cual el papel envejecido, dañado y frágil es tratado con una solución
conteniendo isocianato o con vapor de isocianato empleando
20 preferentemente el isocianato con dos o más grupos isocianato. Este sistema no está relacionado con nuestra invención.

En la publicación de James Stroud, The Paper
25 Conservator, Vol 18, 57-70, (1994), se detalla un proceso de desacidificación con dietilzinc (DEZ) que requiere un tratamiento de 5 etapas: deshidratación, impregnación, estabilización, rehidratación y post-tratamiento a 1 atm. Los dos primeros pasos tienen lugar en una cámara al
30 vacío; el tratamiento posterior tiene lugar a presión atmosférica; y todo el proceso puede durar hasta 5 días.

En la actualidad el proyecto del DEZ no está en servicio y aunque se trabaja en buscarle soluciones a los problemas que presenta, los encargados del proyecto indican que no estará en funcionamiento hasta el año 2003.

5

En el libro BOOK PRESERVATION TECHNOLOGIES, U.S. Congress, Office of Technology Assessment. Washington, DC; U.S. Government Printing Office, Mayo 1988; se describen distintos problemas y soluciones relacionados con el tema
10 que nos ocupa.

Otro proceso con ciertas garantías es el Bookkeeper de la firma Preservation Technologies, Inc., que emplea óxido de magnesio de tamaño de partícula comprendido entre
15 0,2 y 0,9 micrones y un surfactante que actúa como dispersante del óxido de magnesio en el disolvente y utiliza como disolvente perfluoroheptano. El proceso consiste en un pretratamiento, impregnación y postratamiento. Este último procedimiento es, sin duda,
20 uno de los más prometedores en la actualidad debido a las sucesivas evaluaciones y revisiones efectuadas sobre el mismo; las experiencias de los inventores demuestran que dicho proceso, al emplear una microdispersión de óxido de magnesio cuya penetración transversal en el papel depende
25 del número de mallas del óxido de magnesio, las partículas de óxido en papeles satinados quedan en la superficie del papel con escasa penetración hacia el interior, tal como se indica en los ejemplos de aplicación del método que proponen los inventores en la solicitud de patente PCT WO
30 00/08250. La preparación del óxido de magnesio y su aplicación se describen en la patente US nº 4.522.843.

El proceso pionero es el canadiense Wei T'ó, que da buenos resultados de pH, pero no así en cuanto a la homogeneidad de la reserva alcalina, que debido a la baja solubilidad de los reactivos en metanol, producen efectos laterales sobre las tintas; la reserva alcalina remanente en el papel después del proceso es relativamente baja con lo que es necesario al cabo de un cierto tiempo, por lo general corto, volver a desacidificar.

El proceso Sablé es una variante del proceso Wei T'ó; los inconvenientes de este proceso son que se corren las tintas de impresión y además se deposita polvo blanco sobre las cubiertas. La reserva alcalina total y su distribución no es satisfactoria.

Entre los antecedentes del estado de la técnica figura también la patente española n° ES 2.125.792, a nombre del solicitante, relativa a un equipo y a un procedimiento para la desacidificación, desinfestación y desinfección en masa de documentos y libros, donde se utiliza una disolución de un reactivo y un disolvente adecuado HFC R134a; los reactivos son carbonatos de metoxi y butoxi polietilenglicolatos de magnesio, reactivos estos últimos que son muy parecidos a los de la compañía Lithium Corporation of America, pero como se ha visto que no daban los resultados apetecibles fueron abandonados con posterioridad en su aplicación en el equipo patentado y substituidos por otros productos. La solicitud de patente española P9700964, a nombre de los solicitante, es una modificación de la patente española ES 2.125.792.

El procedimiento anterior presenta dificultades en la fase de impregnación debido a que el tiempo de impregnación es de 3 horas, pero como el proceso de destilación del disolvente se efectúa en el mismo autoclave, se produce, mientras dura la destilación, un aumento del tiempo del orden de 4-6 horas según la cantidad de disolvente; este defecto no se puede corregir en ese procedimiento.

10 COMPENDIO DE LA INVENCION

El objetivo de la invención es proporcionar un proceso de desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación, que respete los factores medioambientales, es decir, que funcione en circuito cerrado con reactivos y disolventes no contaminantes, que cumplan con el Protocolo de Montreal y con el mayor número de condiciones de una adecuada desacidificación en masa.

Para conseguir este objetivo el equipo que se preconiza comprende un autoclave destinado a recibir los materiales celulósicos a tratar, un depósito de disolvente situado sobre una célula de carga que permite programar la cantidad de disolvente en cada proceso particular, un depósito dosificador de reactivo concentrado para introducir la cantidad adecuada de reactivo según el peso del material celulósico a tratar, y un depósito de recogida por gravedad de la disolución residual procedente del autoclave para su recuperación posterior.

30

Asimismo, el procedimiento proporcionado por esta

invención incluye el empleo de dicho equipo y comprende el secado o deshidratación del material celulósico en la cámara del autoclave, la dosificación de un producto desacidificante activo, la impregnación del material
5 celulósico por contacto con una disolución del producto desacidificante activo en la cámara del autoclave, el vaciado mediante trasvase por gravedad de la disolución residual desde el autoclave al depósito de disolución residual, y la recuperación de disolvente por destilación
10 de la disolución residual con transferencia del disolvente destilado desde el depósito de disolución residual a la bombona de disolvente.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

15

La Figura 1 es una vista en alzado frontal, en alzado lateral y en planta superior de una máquina que contiene un equipo objeto de esta invención.

20

La Figura 2 muestra una realización particular de un equipo proporcionado por esta invención con sus componentes.

25

La Figura 3 muestra una realización particular de un equipo proporcionado por esta invención con sus componentes identificados mediante las normas DIN e ISO de los componentes (filtros, electroválvulas, etc.).

30

La Figura 4 muestra una realización particular de un equipo proporcionado por esta invención con sus componentes, similar al de la Figura 2, pero bajo otra

realización diferente.

La Figura 5 muestra el diagrama de flujo de los ciclos de vacío/entrada de aire.

5

La Figura 6 muestra el diagrama de flujo de los ciclos de la entrada de reactivo concentrado.

La Figura 7 muestra el diagrama de flujo de la dilución del reactivo con el disolvente.

10

La Figura 8 muestra el diagrama de flujo de la recogida de la disolución sobrante.

La Figura 9 muestra el diagrama de flujo de la destilación de los disolventes del depósito (3).

15

La Figura 10 muestra el diagrama de flujo de la recarga cuando hay pérdidas de disolvente de la bombona (2).

20

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

1. Equipo

En un primer aspecto, la invención proporciona un equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos, en adelante equipo de la invención, que comprende un autoclave (1) con control de presión y temperatura en cuyo interior se introducen los materiales celulósicos a tratar, sucediéndose una serie de procesos químicos y

25

30

físicos que producen cambios químicos y físicos en el sustrato de dichos materiales celulósicos; una bombona de disolvente (2) conectada al autoclave (1); una célula de carga (13) sobre la que se sitúa la bombona de disolvente
5 (2) y que sirve para programar la cantidad de disolvente en cada proceso; un depósito dosificador (8) de reactivo concentrado para introducir la cantidad adecuada de reactivo según el peso del material a tratar, caracterizado por poseer un depósito (3) de recogida por
10 gravedad de la disolución residual procedente del autoclave (1) para su recuperación posterior.

En una realización particular, el autoclave (1) está constituido por un cuerpo, por ejemplo, cilíndrico, y una
15 tapa con junta de estanqueidad, un sensor de presión, una válvula de seguridad, un termopar de control de temperatura en el interior del autoclave (1), un sistema de medida de presión y de vacío, un sensor externo de control de temperatura y bandas calefactoras en el
20 exterior de la pared del autoclave (1).

La bombona de disolvente (2) contiene el disolvente y posee un sistema de refrigeración exterior, que, en una realización particular, consiste en un grupo refrigerador
25 formado por un compresor hermético (C), un condensador y una camisa refrigeradora que envuelve la parte superior de la bombona de disolvente (2). En este caso, el equipo de la invención puede incluir un sistema de desescarchado para eliminar la escarcha que se forma en la camisa que
30 recubre la bombona de disolvente (2) y que se forma en el proceso de destilación. En una realización particular,

dicho sistema de desescarchado consiste en un ventilador (V) accionado por un motor (M) y una resistencia (R) de calefacción. La camisa refrigeradora que envuelve la parte superior de la bombona de disolvente (2) mencionada
5 previamente puede poseer una válvula para la salida automática de condensados.

La bombona de disolvente (2) también posee un sistema de calentamiento (10).

10

El depósito de dosificación (8) de reactivo concentrado es un depósito que contiene el reactivo de desacidificación concentrado y se encuentra conectado con el autoclave (1) de modo que la cantidad adecuada del
15 reactivo concentrado pueda pasar directamente hacia el autoclave (1) donde posteriormente alcanzará la concentración final deseada por trasvase directo del disolvente desde la bombona de disolvente (2) a la cámara interior del autoclave (1). En este caso, el autoclave (1)
20 posee una entrada de disolvente y reactivo concentrado que se conecta alternativamente con el depósito dosificador (8) de reactivo concentrado o con la bombona de disolvente (2) puro.

25 El depósito (3) de recogida por gravedad de la disolución residual procedente del autoclave (1) permite recoger dicha disolución residual para su recuperación posterior. Dicho depósito (3) posee un sistema para su refrigeración (14) que utiliza durante el vaciado del
30 autoclave (1).

El depósito (3) de recogida de la disolución residual también posee un sistema (14) de calentamiento del mismo que se utiliza para destilar el disolvente contenido en la disolución residual.

5

En una realización particular del equipo de la invención, el depósito (3) de recogida de la disolución residual posee una entrada para un producto limpiador, por ejemplo, n-propanol anhidro, o aire.

10

El depósito (3) de recogida de la disolución residual posee, además, una válvula de evacuación (VM7) para la suspensión formada después del proceso de destilación.

15

La conexión entre el autoclave (1) y el depósito (3) de recogida de disolución residual se abre o se cierra mediante una válvula manual o automática (NVS, VM6).

20

El equipo de la invención también puede incluir una bomba de vacío conectada al autoclave (1), una célula de carga (11) sobre la que se sitúa el depósito dosificador (8) de reactivo concentrado, un autómata programable para controlar los procesos del equipo de manera automática y una pantalla táctil desde la que se seleccionan el tipo y los pasos del proceso según la cantidad de material a tratar.

25

El equipo de la invención puede incluir distintos tipos de válvulas, por ejemplo:

30

- una serie de válvulas neumáticas que, en una realización particular, pueden estar gobernadas por el

autómata y activadas mediante la pantalla táctil unida al autómata;

- una serie de electroválvulas que abren o cierran el paso en diferentes etapas del proceso; y

5 - serie de válvulas manuales relacionadas con el mantenimiento, la reposición de líquidos o la entrada de reactivos y disolvente.

El equipo de la invención también incluye la
10 posibilidad de disponer una bombona de recarga (12) acoplada al sistema para recargar la bombona de disolvente (2) a la vista de las pérdidas que se hayan podido producir durante el proceso.

15 El equipo de la invención puede poseer, como medidas de seguridad, una válvula de seguridad en la parte superior de la bombona de disolvente (2), una válvula de seguridad en la parte superior del depósito (3) de recogida de la disolución residual, y, opcionalmente, una
20 válvula de seguridad en la parte superior del autoclave (1).

El equipo de la invención también puede incluir un filtro con indicador de absorción de humedad en el
25 conducto de conexión de la bombona de disolventes (2) con el resto del sistema, así como un intercambiador de calor (6) que optimiza la refrigeración de la bombona de disolvente (2) y aprovecha el calor generado para calentar el depósito (3) de recogida de la disolución residual.

30

2. Procedimiento

En otro aspecto, la invención proporciona un procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos, en adelante procedimiento de la invención, mediante el empleo de un equipo de la invención, que comprende las siguientes etapas:

- secado o deshidratación del material celulósico en la cámara del autoclave;
- dosificación de un producto desacidificante activo;
- 10 - impregnación del material celulósico por contacto con una disolución del producto desacidificante activo en la cámara del autoclave;
- vaciado mediante trasvase por gravedad de la disolución residual desde el autoclave al depósito de disolución residual; y
- 15 - recuperación de disolvente por destilación de la disolución residual con transferencia del disolvente destilado desde el depósito de disolución residual a la bombona de disolvente.

20

El secado o deshidratación del material celulósico a tratar se lleva a cabo en la cámara del autoclave y se efectúa mediante ciclos intermitentes de vacío y de entrada de aire caliente preferentemente. Para realizar esta etapa se deja penetrar el aire en la cámara del autoclave y, una vez que se ha introducido en la misma, se calienta durante un periodo de tiempo necesario para que alcance una temperatura determinada de 50°C como máximo, para no perjudicar al material a tratar, aumentando la presión dentro del autoclave debido al aumento de temperatura y al cierre de la válvula de la bomba de

30

vacío. El ciclo de vacío se realiza mediante una bomba de vacío y un sensor de presión hasta que se alcance un vacío de 30 a 40 milibares. El último ciclo en una serie de ciclos de secado o deshidratación es un ciclo de vacío que
5 deja el autoclave en situación de vacío que se utiliza para forzar la entrada de reactivos durante la fase de dosificación.

El número de ciclos de vacío y de entrada de aire es
10 función de la masa de material celulósico. En general, en un autoclave con un volumen de alrededor de 60 litros (l), se realizan preferentemente entre 10 y 50 ciclos de vacío y de entrada de aire caliente de alrededor de 8 minutos para secar o deshidratar una masa aproximada de 20 a 60
15 kilogramos (kg) de material celulósico.

Una vez finalizada la etapa de secado o deshidratación, la humedad del material celulósico está comprendida entre el 2% y el 2,5%.

20

El proceso de secado o deshidratación utilizado en el procedimiento de la invención es más rápido que cualquiera de los utilizados en otros procedimientos similares ya que a presión atmosférica e incluso a presiones inferiores,
25 del orden de 30 milibares, la conductividad térmica del vapor de agua es mucho mayor que a vacíos elevados, con los que trabajan los sistemas convencionales. Este tipo de proceso de deshidratación basado en ciclos intermitentes de vacío/entrada de aire también marca unas diferencias
30 claras con los sistemas convencionales, puesto que algunos de ellos utilizan corrientes de altas frecuencias, que han

tenido que ser abandonadas debido al daño que provocan las partículas metálicas existentes en el material celulósico o incluso por causa de los materiales utilizados en la construcción de las máquinas.

5 La etapa de dosificación del producto desacidificante activo se divide en dos sub-etapas, (i) una etapa de entrada del reactivo concentrado en una cantidad determinada desde el depósito de dosificación hacia la
10 parte inferior del autoclave bajo la acción de un vacío generado en el autoclave en el último ciclo de secado de modo que el reactivo concentrado no alcance a tocar el material celulósico, y (ii) una etapa de dilución del reactivo concentrado hasta una concentración determinada.
15 Como producto desacidificante activo puede utilizarse cualquier reactivo adecuado para desacidificar el material celulósico, opcionalmente acompañado de un vehículo adecuado. En una realización particular, el producto desacidificante activo es el carbonato de di-n-propilato
20 de magnesio diluido en HFC 227 y una pequeña cantidad de n-propanol.

La concentración de reactivo en el depósito de dosificación puede variar dentro de un amplio intervalo,
25 preferentemente, entre el 50% y el 70% en peso del reactivo puro.

La etapa de entrada del reactivo concentrado en el autoclave consiste en hacer pasar una cantidad determinada
30 de dicho reactivo concentrado desde el depósito de dosificación a la parte inferior del autoclave.

La etapa de dilución del reactivo consiste en hacer pasar una cantidad determinada de disolvente de la bombona de disolvente al autoclave. En una realización particular, el trasvase de disolvente desde la bombona de disolvente hacia el autoclave se realiza con la ayuda del calentamiento de dicha bombona mediante un sistema calefactor con el fin de favorecer el flujo del disolvente hacia el autoclave.

Las cantidades de reactivo concentrado y de disolvente que se añaden al autoclave se determinan en función de la concentración final de reactivo deseada y se dosifican automáticamente mediante sendas células de carga sobre las que se encuentran situados los depósitos de reactivo concentrado y de disolvente respectivamente. En una realización particular, la concentración en peso del reactivo puro después de la dosificación se encuentra comprendida entre el 2,0% y el 4,5% según el pH del material celulósico a tratar. La disolución del reactivo se puede programar mediante las células de carga comandadas por el autómatas a partir del reactivo concentrado, con el fin de conseguir las concentraciones citadas previamente, que son las más adecuadas para proporcionar al papel reservas alcalinas comprendidas entre el 1% y el 1,5%, programación que se efectúa en función de la cantidad (kg) y acidez del material celulósico a tratar.

Una vez que se han añadido al autoclave los reactivos necesarios comienza la etapa de impregnación del material celulósico a tratar por contacto con una disolución del

producto desacidificante activo en la cámara del autoclave. En general, la etapa de impregnación dura hasta 3 horas según el peso de material celulósico, consiguiéndose en ese tiempo una distribución homogénea en el interior del material celulósico a tratar, en particular, en las hojas de los libros.

Esta larga duración de la etapa de impregnación se debe a que el carbonato de di-n-propilato de magnesio utilizado es menos reactivo que el di-n-propilato de magnesio, pero este inconveniente aparente de un mayor tiempo consumido se ve compensado por la ventaja de que, al ser la reacción más lenta, la difusión es más homogénea y no se producen manchas blancas en las cubiertas, como ocurre en los procesos que emplean reactivos de mayor potencia.

La etapa de vaciado de la disolución residual se realiza al completar la etapa de impregnación mediante trasvase desde el autoclave al depósito de disolución residual no solo por gravedad sino también por enfriamiento del depósito de disolución residual. El vaciado del autoclave se favorece además mediante el calentamiento del mismo.

La disolución residual remanente después del tratamiento del material celulósico tratado contiene lodos y disolventes, mayoritariamente HFC 227. Esta disolución residual puede contener alguna pequeña cantidad de colas de apresto de los lomos, sobre todo las posteriores a los años 1960, debido a que son sintéticas, sales de magnesio,

tales como sulfatos, cloruros y nitratos y pequeñas cantidades de n-propanol, además de la suciedad de los libros que es arrastrada por el disolvente, por ejemplo, el HFC 227. Estos productos se depositan en el fondo o
5 están disueltos.

Los líquidos a presión van al depósito colector por gravedad y por enfriamiento con el sistema compresor mediante el intercambiador de calor y por apertura de la
10 válvula neumática correspondiente, a cuyo efecto dicho depósito está situado en la parte inferior de la máquina que incluye el equipo de la invención.

Una vez vaciado el autoclave se cierra la válvula
15 neumática correspondiente para que el vapor del depósito no revierta de nuevo hacia el autoclave a la vez que el depósito colector de residuos se refrigera mediante el intercambiador de calor con el grupo compresor.

Una vez que se ha hecho el trasvase de la disolución
20 residual a su depósito se retira el material celulósico de la cámara del autoclave.

A continuación, se procede a la recuperación del disolvente por destilación de la disolución residual
25 evacuada del autoclave en la etapa de vaciado con transferencia del disolvente destilado desde el depósito de disolución residual a la bombona de disolvente. La destilación se realiza calentando el tanque de disolución residual y haciendo pasar los vapores al depósito de
30 disolvente y refrigerando dicho depósito para recuperar el disolvente.

Para que el proceso de destilación sea eficaz, recuperando la casi totalidad de disolvente utilizado como diluyente, se calienta el recipiente de recogida del líquido residual mediante un intercambiador de calor al
5 poner en marcha el grupo compresor-refrigerador que enfría al depósito receptor del destilado [es decir, a la bombona de disolvente (2)]. Cuando comienza la destilación, se retiran los libros tratados de la cámara del autoclave y se puede colocar una nueva partida de libros a deshidratar
10 y tratar. Ambos procesos son simultáneos estando la duración de la destilación comprendida entre 4 y 6 horas dependiendo del volumen de disolvente empleado. La operación de secado del material celulósico consume tiempos comprendidos entre 4 y 6 horas, también según la
15 cantidad (kg) de libros a tratar, tiempo que viene a ser el mismo que el del proceso de destilación. Esto implica una reducción del tiempo total del procedimiento de la invención ya que ambas operaciones se pueden realizar simultáneamente, de manera que el tiempo total del
20 procedimiento de la invención es del orden de unas 9-10 horas en el caso de mayor volumen de disolvente y mayor cantidad de libros. Por tanto, en una realización particular, el proceso de destilación se realiza simultáneamente con el proceso de secado o deshidratación
25 de una nueva partida de material celulósico a tratar.

Por otro lado y para efectuar la recuperación del disolvente después del tratamiento mediante condensación en el correspondiente depósito [bombona de disolvente
30 (2)], éste se somete a un enfriamiento exterior mediante el grupo frigorífico y calentamiento del depósito de

recogida de la disolución residual hasta recuperar totalmente el disolvente HFC 227, lo que se puede conseguir, por ejemplo, cuando las presiones de dichos depósitos se igualan a 1,5 bares absolutos.

5

Periódicamente se hace necesario efectuar una limpieza del depósito de recogida de la disolución residual, donde se acumulan los productos no volátiles que permanecen después del proceso de destilación. Entre estos
10 productos figura el n-propanol, que posee una presión de vapor muy baja en relación con el HFC 227, por lo que no llega a destilar, pero alguna pequeña cantidad es arrastrada en el proceso de destilación sin que ello perjudique en operaciones posteriores, pues la mayor parte
15 queda retenido en los cartuchos del filtro (F1), que son intercambiables. Para la limpieza de dicho depósito se ha previsto la apertura de la válvula manual de entrada al mismo y la introducción de un producto limpiador, por ejemplo, n-propanol, y, a continuación, se hace borbotea
20 aire como medio de agitación para dispersar el material sólido del fondo del depósito dando lugar a una suspensión que se elimina a través de una válvula de vaciado del depósito, por ejemplo, a través de una válvula manual del fondo del depósito.

25

El procedimiento de la invención contempla la posibilidad de comprobar la posible pérdida de peso en la bombona de disolvente, tras haber realizado una serie de procesos, y a posibilidad de recargar el disolvente si es
30 necesario mediante un depósito exterior que se conecta a dicha bombona en lugares diseñados para ello.

El procedimiento de la invención puede incluir, además, la posibilidad de lograr la desinfestación del material celulósico tratado mediante un proceso adicional, en cuyo caso, dicha etapa de desinfestación puede ser
5 simultánea a las etapas de secado o de impregnación. La etapa de desinfestación consiste en la creación de un vacío en el autoclave y la introducción de un agente desinfestante apropiado, por ejemplo, nitrógeno, anhídrido carbónico o HFC 227, dejando actuar a dicho agente durante
10 un periodo de tiempo suficiente para que tenga lugar la eliminación de insectos y larvas por carencia de oxígeno. En una realización particular, la etapa de desinfestación dura entre 4 y 6 horas y comprende el empleo de gases a presiones de hasta 2 bares.

15 Se ha previsto, además, la posibilidad de comprobar el funcionamiento del sistema proporcionado por la invención. Por tanto, en una realización particular, el procedimiento de la invención comprende una etapa de control de resultados al final del procedimiento. El
20 control de resultados puede realizarse mediante la determinación de la distribución de magnesio (carbonato de magnesio) en el material tratado antes y después del tratamiento, pudiéndose realizar cortes transversales para ver la distribución de partículas de magnesio a lo largo
25 del corte, por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM), y por identificación y determinación cuantitativa mediante rastreo con microsonda electrónica y determinación del pH con electrodo plano en diferentes partes de las hojas mediante muestreo aleatorio. En una
30 realización particular, por valoración, se ha determinado que la reserva alcalina alcanzada en las distintas zonas

del libro puede estar situada entre el 1% y el 1,5%.

El procedimiento de la invención contempla la posibilidad de que se controle automáticamente mediante un
5 autómata.

De acuerdo con otra de las características de la invención, se ha previsto que la cámara del autoclave donde se realiza la deshidratación sea empleada para
10 recuperar libros de las bibliotecas o legajos de archivos que han experimentado desastres por agua o fuego y se ha producido adherencia entre las hojas.

3. Procedimiento de desecado de material celulósico

15 La invención también proporciona un procedimiento de desecado de material celulósico que comprende el empleo de un equipo de la invención, y en el que la desecación del material celulósico se efectúa mediante ciclos intermitentes de vacío y de entrada de aire caliente. Para
20 ello, después de la entrada de aire, éste se calienta durante el periodo de tiempo necesario para que alcance una temperatura determinada de 50°C como máximo, aumentando la presión dentro del autoclave debido al aumento de temperatura. El ciclo de vacío se puede
25 realizar mediante una bomba de vacío y un sensor de presión hasta que se alcance un vacío de 30 a 40 milibares. El número de ciclos de vacío y de entrada de aire es función de la masa de material celulósico a desecar.

30

4. Empiezo del equipo y procedimiento de la invención

En otro aspecto, la invención se refiere al empleo del equipo de la invención y del procedimiento de la invención para el tratamiento de material celulósico, en general, y, en particular, libros o cualquier otra clase de publicación sobre papel.

5. Realizaciones particulares del equipo de la invención

A continuación se describen unas realizaciones particulares del equipo de la invención haciendo referencia a las figuras que acompañan a esta descripción. En la Figura 1 se muestra una máquina que incluye un equipo de la invención que comprende

un autoclave (1),

una bombona de disolvente (2) refrigerada/calorifugada, provista de camisa en el que se almacena el disolvente, por ejemplo HFC 227; el calentamiento se efectúa con bandas alimentadas eléctricamente mientras que la refrigeración se logra mediante un compresor refrigerador;

un depósito (3) de recogida de la disolución residual procedente del autoclave (1) por gravedad para la recuperación del disolventes mediante la apertura de la válvula neumática (NV5), accionada por aire comprimido y activada por un autómatas programado; el líquido y los ácidos libres neutralizados, así como el disolvente y el reactivo no consumido bajan desde el autoclave;

un grupo compresor (4) formado por un condensador-refrigerador con objeto de pasar el disolvente por destilación desde el depósito (3) hasta la bombona de disolvente (2), mediante enfriamiento de la camisa de refrigeración por acción de un condensador;

un armario eléctrico (5);

un condensador (6);

una bomba de vacío (7) para efectuar el vacío para el
secado de los libros; debido a la baja conductividad
5 térmica que se produce en el autoclave (1) a vacíos
elevados y a que no se emplean placas calientes en el
interior del autoclave, se ha recurrido a efectuar ciclos
de vacío y entrada de aire que se deja calentar al
establecer contacto con la superficie caliente (40-45°C)
10 del autoclave (1) que efectúa un vacío entre 30 y 40
mbares, se logra una deshidratación más rápida del
material celulósico, del orden de 4 horas para 20 kg de
libros en 30 ciclos; 5,30 horas para 30 kg de libros en 40
ciclos; y 6,30 horas para 50 kg de libros en 50 ciclos;
15 los ciclos se regulan por programa mediante un autómata
incorporado al sistema;

un depósito dosificador (8) que contiene el reactivo
desacidificante concentrado, situada sobre una célula de
carga (11) para lograr una dosificación adecuada por
20 programación.

En las Figuras 2-4 se muestran unas realizaciones
particulares de equipos proporcionados por esta invención
con los componentes de los equipos en su conjunto, con los
25 símbolos que siguen las normas ISO y DIN para la
identificación de los componentes de la máquina. Dichos
símbolos se adjuntan como adenda de la Figura 4.

En una realización particular, el equipo de la
30 invención incluye un autoclave (1) cuya cámara está unida
a una electroválvula de seguridad (9) con válvula de

salida a la atmósfera. En una realización particular, la cámara es de forma cilíndrica, posee unas dimensiones de 540 x 360 (83 litros de capacidad) y es apta para soportar una presión máxima de 10 bares, pudiéndose variar las dimensiones según diseño y necesidades de volumen. La cámara del autoclave dispone de un sistema de calefacción formado por una bandas calefactoras que cubren parte de la pared del autoclave (1). Asimismo lleva un sensor externo de control de temperatura programable (TS), mientras que en su interior hay otro termopar (TC), para controlar que la temperatura de los libros no supere los 40°C-50°C. También dispone de un sensor de presión y vacío (PI). El autoclave (1) posee una válvula de seguridad (VS) que se dispara cuando la presión interior supera los 6 bar absolutos.

Una bomba de vacío (7) rotatoria de doble efecto, con un caudal estimado de 8 m³/h, permite lograr una deshidratación más rápida del material celulósico antes del tratamiento.

En una realización particular la bombona de recarga (12) del disolvente acoplada al sistema para recargar la bombona de disolvente (2) a la vista de las pérdidas que se hayan podido producir durante el proceso tiene una capacidad de 60 litros de HFC 227, un disolvente fluorocarbonado calificado como ecológico ya que al no contener cloro no altera la capa de ozono, y carente de toxicidad pues el HFC 227 se usa en los nebulizadores de los asmáticos.

La bombona de disolvente (2) está rodeada por una camisa refrigeradora sobre la que actúa un grupo frigorífico compresor (4) unido a una válvula accionada a mano. En el conducto de conexión de la bombona con el
5 resto del sistema está intercalado un filtro con indicador de absorción de humedad, para purificar el HFC 227 recuperado.

Un sistema con una banda de calefacción (10) rodea el
10 recipiente para producir el calentamiento del líquido disolvente (2) y facilitar el trasvase hacia el autoclave.

Un grupo frigorífico de una potencia de 0,750 CV, con un rendimiento de 865 Kcal/h a -10°C , formado por un
15 compresor hermético y un condensador (6) y una camisa refrigeradora que envuelve la bombona que contiene el HFC 227 por su parte superior, para condensar el disolvente.

La bombona de disolvente (2) está situada sobre una
20 célula de carga (13) que mediante programación permite una dosificación del disolvente según las diferentes recetas elaboradas en función del peso de los libros y del reactivo desacidificante añadido a partir del depósito dosificador. La dosificación del disolvente se controla
25 por pesada.

La cámara de desacidificación va unida a un depósito
3) de almacenamiento de la disolución residual y a partir de dicha disolución se destila el disolvente a la bombona
30 de disolvente (2) para iniciar otro ciclo de trabajo. En una realización particular, dicho depósito (3) posee una

capacidad de 90 litros, conectado al fondo del autoclave (1) mediante una válvula manual, para operaciones de limpieza; una electroválvula abre el circuito de vaciado desde la cámara de desacidificación hasta el recipiente de destilación cuando termina el tiempo de impregnación con el reactivo de los libros contenidos en la cámara de desacidificación, permitiendo abrir la cámara después del tratamiento y vaciado después del tratamiento y efectuar así un rápido secado de los libros tratados.

10

Un depósito dosificador (8), situado sobre una célula de carga (11), permite, mediante apertura de válvulas manuales y una electroválvula por programa, dosificar el reactivo, que está valorado en su composición en dicho recipiente. A continuación, después de la entrada del reactivo en la cámara, se efectúa la disolución con el disolvente que va directamente a la cámara a partir de la bombona de disolvente (2).

20 Lista de componentes del equipo de la invención según la Figura 4:

- Autoclave (1).
- Bombona de disolvente (2) con camisa, válvula de seguridad, VS y unida una banda calefactora y serpentín de refrigeración conectado al grupo compresor y con indicador de presión PI y montada sobre una célula de carga (13).
- Depósito de recogida de la disolución residual (3) con capacidad para 90 litros, provisto de serpentín de enfriamiento y calefacción, válvula de seguridad VS e indicador de presión

30

PI, conectado al sistema de calefacción y refrigeración; va provisto de las válvulas manuales VM6 y VM10.

- 5 - Depósito dosificador (8) de reactivo concentrado para alimentación del autoclave (1) con reactivo activo concentrado, situada sobre una célula de carga conectada al autómeta para dosificar el reactivo según el volumen de libros; las válvulas manuales VM3 y VM4 están
10 unidas a tubos flexibles.
- Depósito (12) de reserva de HFC 227 para
 sustituir pérdidas que se une mediante enchufes
 rápidos y mediante el circuito adecuado envía
 HFC 227 a la bombona (2).
- 15 - Sistema formado por el compresor (4) y el
 condensador; este grupo da frío y, por
 inversión, genera calor; con este grupo se
 logra el enfriamiento de las distintas partes
 del proceso de tratamiento de los libros; este
20 sistema lleva incorporado un ventilador
 accionado por un motor (M), que enfría un
 sistema de cable flexible de gran superficie
 para optimizar el enfriamiento de los
 serpentines.
- 25 - El sistema va provisto de una serie de válvulas
 neumáticas gobernadas por el autómeta y
 activadas mediante la pantalla táctil unida al
 autómeta. También lleva una serie de
 electroválvulas (Figura 4), que cierran o abren
30 el paso en diferentes etapas del proceso. El
 sistema también lleva incorporadas una serie de

válvulas manuales, relacionadas con el mantenimiento, reposición de líquidos, entrada de reactivos y disolvente.

- 5 - El sistema en diferentes partes del mismo lleva sensores de presión PS e indicadores de presión PI. También existe un controlador de presión PIC.
- 10 - En diferentes puntos del proceso se intercalan reguladores de temperatura TS e indicadores de la misma.
- 15 - El sistema en la totalidad de los recipientes que tienen que soportar presión va provisto de un sistema de válvulas de seguridad situadas en una presión de 6 bares. El equipo está probado hasta 10 bares absolutos con objeto de alcanzar la seguridad adecuada.
- 20 - El sistema tiene un intercambiador de calor para optimizar el ciclo de refrigeración de la bombona (2) que contiene el HFC 227 y aprovechar el calor desprendido para calefactar el depósito (3).
- 25 - En la Figura 4 se muestran 2 filtros marcados con una F el F1 tiene la función de absorber agua y pequeñas cantidades de n-propanol que se arrastra en la destilación, y el filtro F2 para secar vapor de refrigeración.

6. Descripción del funcionamiento del equipo de la invención

- 30 En la Figura 4 se presenta el nomenclátor de los componentes del equipo, en donde figuran las válvulas y

sus tipos:

- las válvulas manuales aparecen como VM (válvulas manuales);
- las electroválvulas son las señaladas como EV
5 (electroválvulas);
- las válvulas neumáticas están señaladas como NV (neumática válvula).

E representa el sistema de unión mediante tubos macho y hembra relacionados con el trasvase de fluídos.

- 10 B Bomba de vacío.
- C Grupo compresor para generar frío.
- PS Sensores de presión.
- PI Indicadores de presión.
- VS Válvulas de seguridad.
- 15 TS Indicadores de temperatura.
- TC Controladores de temperatura.
- M Motor del ventilador para disipar calor.
- F Filtros de absorción de humedad y n-propanol y sustancias sólidas.
- 20 Célula de carga (8).
- I Intercambiador de calor.
- Calefacción por bandas (10).
- V ventilación.
- R resistencia.
- 25 Ri sistema de refrigeración.

Las bombonas, recipientes y autoclave están numerados adecuadamente: autoclave (1), depósito receptor de la disolución residual (3), bombona de HFC 227 (2), bombona
30 de recarga de HFC 227 (12).

Con estas asignaciones se interpretan los diagramas de funcionamiento de la máquina que constituye un objeto de esta invención. Los números posteriores después de cada válvula se han asignado para seguir las figuras que explican el funcionamiento de la máquina.

La parte del proceso que se describe en la Figura 5 se indica mediante una línea continua de trazado más grueso en el esquema de los ciclos de vacío. El funcionamiento es el siguiente: se abre la electroválvula EV1 (electroválvula), accionada por el autómata incorporado a la máquina, y a continuación se abre la válvula neumática NV1, que conecta el vacío al autoclave (1), hasta que se alcanzan los 30 mbares o en su defecto un tiempo de 4 minutos para alcanzar un vacío adecuado. Una vez transcurrido dicho tiempo, se abre la salida del autoclave, para eliminar el vacío mediante la electroválvula EV1, que deja pasar una corriente de aire del ambiente hasta el autoclave (1). El autoclave está a una temperatura de 45-50°C, el aire, una vez abierta la electroválvula EV1 y cerrada la electroválvula EV2, que desconecta el vacío, se mantiene durante 4-5 minutos hasta que alcance la temperatura del autoclave (45-50°C). Se cierra la electroválvula EV1 cuando han transcurrido 4-5 minutos y se abre de nuevo la electroválvula EV2 y la válvula neumática NV1, con lo que vuelve a producirse un nuevo ciclo de vacío. Sucesivas aperturas y cierres, permiten el paso de una corriente de aire y se logra una presión de 1 bar en el autoclave (1) de deshidratación, que está a una temperatura de 45°C. El aire se mantiene en la cámara hasta que alcanza la temperatura de la misma

mediante un tiempo de residencia del aire de 4 minutos. A continuación, se conecta el vacío de la bomba B mediante apertura de la electroválvula EV2, hasta alcanzar los 30-40 mbares (unos 3 ó 4 minutos) y por la acción del tiempo
5 programado se cierra la EV2 para desconectar el vacío producido por la bomba y se abre de nuevo la electroválvula EV1. El tiempo total de la operación de este ciclo es de 8 minutos. Este ciclo se repite 30 veces para deshidratar 20 kg de libros (4 horas). El número de
10 ciclos es de 40 para 30 kg de libros (5 horas y 20 minutos), y de 50 para 40 kg de libros (6 horas y 40 minutos). De esta forma se logra una deshidratación del papel, pasando de un contenido en humedad del 6-7% hasta un 2-2,5% aproximadamente.

15

Cuando finaliza el proceso de deshidratación de los libros o documentos, el material está preparado para iniciar la fase de impregnación. Esta fase [véase la Figura 6], se caracteriza por la dosificación del
20 reactivo concentrado procedente de la bombona (8), situada sobre una célula de carga (11), las salidas de la bombona, que son válvulas manuales permanecen abiertas, por apertura mediante el programa gobernado por el autómata se activa la válvula neumática NV2, que permite el paso del
25 reactivo desacidificante hacia el autoclave (1). El reactivo penetra por la entrada que hay en la parte inferior del autoclave (1), con la finalidad de que el reactivo concentrado no se ponga inicialmente en contacto con los materiales a tratar, hasta que se produzca la
30 disolución con el disolvente HFC 227. La dosificación se comienza una vez terminada la deshidratación de los

libros. Las cantidades añadidas de reactivo están programadas y calculadas previamente según el peso de los libros a tratar. El cálculo se efectúa a partir de la concentración de reactivo de desacidificación del depósotido (8), que según las partidas y los análisis previos efectuados en fábrica son del orden de 50-70% en peso. Si la cantidad de libros de, por ejemplo, 20 kg, y si el reactivo está a una concentración del 70% en peso, 800 g, de reactivo al 100% que es el que precisarían los libros para alcanzar una reserva alcalina entre 1% y 2% y se corresponden con 1.150 g de disolución concentrada, que es lo que se programa en el autómata.

La Figura 7 presenta la fase del proceso en la que la disolución concentrada del reactivo desacidificante, que se ha depositado en el fondo del autoclave (1) es diluida por el disolvente contenido en la bombona (2), al pasar al autoclave (1). En una realización particular, el diluyente es el HFC 227, y la bombona (2) está situada sobre una célula de carga (13), de forma tal que, mediante programación, el reactivo es diluido hasta concentraciones comprendidas entre el 3,9% y el 4,5 % según la acidez (medida del pH) del material, para ello se precisan añadir 19,650 kg de disolvente. El proceso consiste en la activación de la célula de carga, calentamiento de la bombona (2), mediante puesta en marcha del sistema calefactor formado por las bandas calefactantes(10), situadas en la parte inferior de la bombona (2) y alimentadas por la correspondiente fuente de energía, simultáneamente se abre la válvula neumática NV7, para que fluya el HFC 227 desde la bombona (2) hasta el autoclave

(1) las válvulas neumáticas NV3, NV8 permanecen cerradas. La fase de impregnación con el reactivo se efectúa de la siguiente forma: a partir del depósito (8), con el reactivo valorado (concentración del orden del 70% en peso/peso de carbonato de di-n-propilato de magnesio), disuelto en n-propanol y HFC 227 el 30% restante, mediante la acción de una célula de carga, se dosifica automáticamente según la cantidad (kg) de libros colocados en el autoclave (1) y que previamente han sido deshidratados.

Ejemplos según la capacidad útil del autoclave (1):

- para 20 kg de libros, 800 g de reactivo o sea 1.143 g de producto contenido en el recipiente de reactivo; a continuación, se añaden 19,7 kg de HFC 227 con lo que se alcanza una concentración del 4% en reactivo;

- cuando la cantidad de libros es 30 kg se añaden 1.720 g de reactivo y 29,55 kg de HFC 227, que hacen un total de $21 + 35 + 1,5$ litros = 57,5 litros de capacidad con lo que queda una cámara de aire residual de $83 - 58 = 25$ litros.

- si la cantidad de libros es de 40 kg, que es la cantidad más adecuada para trabajar, se añaden 2.286 g de producto reactivo y 39,4 kg de HFC 227, que posee una densidad a 20°C de 1,41 g/ml, lo que da un volumen de 28 litros. Como los libros poseen una densidad media de 0,86 g/ml, el volumen total ocupado por 40 kg de libros y la disolución adecuada de reactivo es de: $28 + 46,5 + 2 = 76,5$ litros (la cámara tiene un volumen de 83 litros, quedando un remanente de 6,5 litros de espacio como cámara de seguridad.

Por pesada se introducen las cantidades de reactivo mediante la acción de una válvula neumática NV2 que abre el circuito hacia el autoclave, una vez dosificada la cantidad mediante apertura de la válvula manual del tanque de HFC 227 y apertura de la válvula neumática NV7, se introduce la cantidad en kg programada en el autómata. Cuando se alcanza la concentración deseada en reactivo y que se ha introducido previamente en el autómata según el peso de libros o documentos y el pH de los mismos, se cierra automáticamente la válvula neumática NV7. Se comienza entonces el proceso de impregnación, que dura 3 horas, ya que el reactivo carbonatado es menos activo que el correspondiente n-propóxido de magnesio sin carbonatar. La difusión es prácticamente la misma, de esta forma se asegura la homogeneidad del tratamiento, que es una de las diferencias existentes con los restantes procesos actuales de aplicación. Una vez que ha terminado la operación de impregnación se vacía el autoclave (1) en el depósito (3) por acción de la gravedad y se recuperan los libros del autoclave (1) y el aparato está preparado para comenzar otra partida. Tiempos más cortos de tratamiento no son recomendables por seguridad en el proceso de impregnación, debido a que no existe selección previa de los papeles, con los que están editados los libros.

25

En la Figura 8 se presenta el sistema para evacuar la disolución sobrante del tratamiento, consistente en su mayor parte en HFC 227, reactivo sobrante, alguna cantidad de colas disuelta por el HFC 227, suciedad depositada en los libros o documentos y sales magnésicas formadas a partir de los productos ácidos extraíbles de los

30

materiales celulósicos. El proceso se produce mediante la apertura de la válvula neumática NV5, y pasa a través de la válvula manual abierta permanentemente, MV6. Una característica fundamental de este proceso es que se efectúa de forma rápida por gravedad y calentamiento simultáneo del autoclave (1) y enfriamiento por el sistema refrigerador y paso de la disolución hacia el depósito (3) en donde se almacena hasta que comience la siguiente fase del proceso consistente en la recuperación del HFC 227.

10

El autoclave (1), se puede abrir a continuación y sacar el material celulósico contenido en el mismo para introducir una nueva partida y comenzar de nuevo el proceso de deshidratación indicado en la Figura 5, de esta forma se gana tiempo de proceso, ya que esto representa una variante que se reivindica, debido a que no hay tiempo de espera en el proceso, porque la disolución pasa en pocos minutos desde el autoclave (1) hasta el depósito (3), debido a que la destilación es independiente del proceso de deshidratación, ya que ambos se producen de forma simultánea.

En la Figura 9 se presenta la fase de destilación de la disolución almacenada en el depósito o tanque (3); consiste en calentar dicho depósito para que la disolución procedente de la operación anterior, que ha pasado a dicho tanque por calefacción del autoclave (1) hasta 45°C y por gravedad debido al diseño en la situación del depósito, esta última condición es muy importante para conseguir rapidez en el proceso. Una vez terminada esta operación, se calienta mediante una resistencia el tanque (3) para

25
30

pasar el HFC 227 al depósito del disolvente situado sobre la célula de carga y lograr una recuperación lo más completa posible del disolvente, por medio de la refrigeración de la bombona (2). Para ello, se abren las
5 dos válvulas manuales VM8 y VM10 y la válvula neumática NV3, para que el HFC 227 del tanque (3) pase al tanque de disolvente (2) refrigerado por el compresor C, puesto en marcha y que está conectado a la válvula manual para permitir la refrigeración de dicho tanque. Las válvulas
10 neumáticas NV6, NV5, NV7, NV4 y NV6 permanecen cerradas así como la válvula manual VM9, para conducir el HCF 227 al tanque (2). El proceso de destilación dura unas 6-7 horas y se efectúa de forma simultánea a la deshidratación de los libros que dura aproximadamente según el peso de
15 los libros 4 horas, 5 horas y 20 minutos, y 6 horas y 40 minutos, respectivamente, para 20, 30 y 40 kg de libros. Cuando la destilación se da por terminada, el sistema está preparado para el siguiente paso de proceso.

20 En el depósito (3) quedan los barro y residuos de la acidez soluble y suciedad que se ha arrastrado con el HCF 227, procedente de los libros tratados, además se mantiene el n-propanol, que posee una presión de vapor muy baja frente al HFC 227, y por tanto no destila aunque se
25 arrastra alguna pequeña cantidad, que lo mismo que la humedad es retenida en el filtro F1. Después de una serie de operaciones de tratamiento de los materiales celulósicos, entre 4 ó 5, que son las que se pueden efectuar en una semana de uso de la máquina, se procede a
30 la limpieza del depósito (3), mediante apertura de la válvula manual MV5, para entrada de n-propanol,

manteniendo la válvula manual MV6 abierta, que es su posición habitual, y se hace pasar aire para producir un borboteo, que agite los residuos con el disolvente añadido y, a continuación, se abre la válvula manual MV7, según se indica en la Figura 10, eliminándose de esta forma los
5 residuos procedentes de los ciclos de funcionamiento.

Después de una serie de procesos, se comprueba la pérdida de peso en el tanque de almacenamiento del HFC 227
10 (2), tal como se muestra en la Figura 10, y si éste ha disminuido en una cantidad apreciable, se recarga a partir de la bombona exterior, que se conecta al sistema mediante las uniones a tuerca E1 y E2, permaneciendo cerrada la válvula manual VM1 y abriendo las válvulas manuales VM2 y
15 la VM8, que son de salida del depósito (12) y entrada a la bombona de disolvente (2). La bombona (2) se refrigera como se indica en el esquema, mediante la puesta en marcha del compresor-condensador C-R. El sistema compresor y generador de frío unido a un sistema de disipación de
20 calor accionado por un motor M que mueve un ventilador (V). La camisa de recubrimiento aislante, condensa agua y posee una electro-válvula de salida de condensados en un proceso de desescarchado, que se realiza con posterioridad al enfriamiento del líquido de la bombona
25 (2).

En el procedimiento complementario del equipo descrito se efectúan las siguientes operaciones:

30 I) Secado/Deshidratación de los libros en el autoclave: se efectúa por calentamiento hasta 50°C y vacío

[véase la Figura 5]. Esta operación, tiene lugar mediante una serie de ciclos con entrada de aire caliente y seco para optimizar el tiempo de presecado que es del orden de 4 a 6 horas según el peso en libros, con un número de
5 ciclos de 30 a 50, cada uno de ellos de unos 8 minutos, con lo que de esta forma se pasa de un contenido en agua en los libros del 6% al 8% a valores entre el 2% y el 2,5%. En este tipo de operación se ha tenido en cuenta que el agua se elimina en función del vacío y de su
10 conductividad calorífica. A partir de estos datos se ha llegado a la conclusión de que es más adecuado para acortar los tiempos de tratamiento de presecado efectuar ciclos cortos de vacío y apertura de una válvula que permita la entrada de aire, de esta forma la
15 deshidratación se acorta de 48 horas a 4-6 horas, la electroválvula se abre cuando se alcanzan presiones del orden de 30-40 mbares, debido a que a vacíos superiores la conductividad térmica en función del peso de vapor es muy baja y por tanto el proceso de deshidratación pierde
20 eficacia.

II) Tratamiento de desacidificación, consta de dos fases:

- a) dosificación del reactivo concentrado formado por
25 carbonato de di-n-propilato de magnesio en una cantidad comprendida entre el 50% y el 70% en peso, según valoración previa, y entre el 50% y el 30% en peso de HFC 227 y n-propanol (éste último en cantidades minoritarias para evitar efectos no deseados); y
- 30 b) disolución del reactivo anterior con HFC 227 procedente de la bombona (2), de forma que se alcancen

concentraciones comprendidas entre el 3,5% y el 4,5% en peso del reactivo puro.

III: Fase de impregnación y recuperación del
5 disolvente: La disolución de impregnación permanece en contacto con los libros o documentos durante 3 horas para asegurar la penetración, reacción y distribución de forma homogénea del reactivo. La disolución remanente se pasa a continuación al depósito (3) por la acción de la gravedad
10 y enfriamiento del depósito (3). La disolución recuperada contiene en su mayor parte HFC 227, otros productos son el n-propanol, producto que no ha reaccionado, suciedad procedente de los libros, alguna cantidad de agentes de encolado que disuelve el HFC 227, y por último la acidez
15 libre que ha formado sales magnésicas (sulfato magnésico y otras sales).

IV) Destilación del disolvente: El disolvente se destila desde el depósito (3) a la bombona (2) mediante
20 calentamiento del depósito (3) y enfriamiento de la bombona (2), de esta forma se recupera la casi totalidad del HFC 227, y quedan en el líquido viscoso del depósito (3) el n-propanol que posee una presión de vapor mucho más baja que el HFC 227, aunque algo se puede arrastrar, pero
25 que no perjudica al ciclo siguiente debido a la pequeña cantidad que se evapora, las sales quedan en el depósito, así como la suciedad y las colas. Este depósito cada 4 ó 5 ciclos se limpia para eliminar los residuos, el sistema de limpieza viene gobernado por una serie de válvulas
30 manuales y se describe adecuadamente en el funcionamiento de la máquina.

IV) Apertura del autoclave y deshidratación: Se puede comenzar una nueva partida mientras se efectúa el proceso de destilación, colocando libros de nuevo en el autoclave (1).

5

V) Desinfestación: La máquina puede producir la desinfestación de los libros y documentos de forma simultánea al tratamiento en las fases de deshidratación y de impregnación, ello se origina porque el vacío y el calor provocan la eliminación de oxígeno en la totalidad de los ciclos, pero fundamentalmente porque en la fase de impregnación se crea un medio anaerobio, que hace que los insectos y sus larvas y huevos se mueran por carencia de oxígeno. Este proceso en dicha máquina se puede llevar a

10 término de forma independiente, mediante vacío y, a continuación, por entrada a través de un enchufe rápido en el autoclave de nitrógeno, anhídrido carbónico, HFC 227, y dejar los libros durante la noche con alguno de dichos gases.

20

VI) Determinación de la distribución de la reserva alcalina, pH y resistencias a tracción en las hojas tratadas: Una vez abierto el autoclave, se vacía de libros, y después de un acondicionamiento adecuado se

25 determina la distribución del tratamiento mediante la medida del pH superficial en distintos puntos de una hoja interior para comprobar la distribución homogénea del carbonato de magnesio. También se puede determinar la reserva alcalina y la resistencia a tracción de los

30 papeles tratados.

EJEMPLO

El tratamiento completo de desacidificación de un libro con hojas de papel ácido se ha efectuado con una disolución al 4% en reactivo activo [carbonato de di-n-propilato de magnesio diluido en HFC 227 y una pequeña cantidad de n-propanol], los resultados experimentales del tratamiento se describen en la Tabla 1 en la que figuran los datos de la reserva alcalina, pH superficial, y pruebas de resistencia a tracción. Los tipos de papel tratados son de diferente gramaje y acidez. El primer papel es de fotocopias para impresora de chorro de tinta (Inapa Multioffice) de 80 g/m² de gramaje, DIN A4 con un espesor de 0,11 mm y un pH de 7,65; papel de libreta, con un gramaje de 71,3 g/m² iniciales y un pH ácido de 5,33; 15 papel del libro Enciclopedia Catalana con un gramaje inicial de 57,5 g/m² y un pH del papel sin tratar de 6,29. La cantidad de papel tratado fue de 25 kg en el autoclave de 83 l de capacidad.

Tabla 1
Resultados de las hojas tratadas con el reactivo al 4%

Tratamiento en máquina 4% de reactivo	Reserva alcalina (mol/kg)	Rotura (N)	Alargamiento (mm)	Límite elástico (N)	Extensión del límite elástico (m)	Longitud de rotura (m)	T.E.A. (J)	pH
Papel de fotocopias sin tratar. Gramaje 80.5 g/m. Envej. 14 días. Longitudinal	0,179	65,8 DE 7,7	1,88 DE 0,17	35,0 DE 10,5	1,10 DE 0,28	6449 DE 657	39,3 DE 9,8	7,65
Transversal		32,8 DE 1,3	3,66 DE 0,59	18,8 DE 3,0	1,32 DE 0,30	2791 DE 107	51,0 DE 11,8	
Papel de fotocopias sin tratar. Gramaje 80.5 g/m. Envej. 28 días Longitudinal	0,166	61,9 DE 3,4	1,66 DE 0,16	26,5 DE 9,2	0,90 DE 0,15	5314 DE 293	27,7 DE 5,3	7,09
Transversal		33,0 DE 1,6	3,39 DE 0,28	18,8 DE 2,7	1,29 DE 0,20	2851 DE 140	45,7 DE 6,7	
Papel de fotocopias tratado. Gramaje 82 g/m. Sin envejecer Longitudinal	0,921	80,7 DE 3,6	2,86 DE 0,16	36,3 DE 3,2	0,94 DE 0,17	6572 DE 297	55,1 DE 6,4	10,16
Transversal		39,5 DE 1,4	6,72 DE 0,33	15,8 DE 1,0	1,15 DE 0,09	3275 DE 116	83,0 DE 6,2	

Tratamiento en máquina 4% de reactivo	Reserva alcalina (mol/kg)	Rotura (N)	Alargamiento (mm)	Límite elástico (N)	Extensión del límite elástico (m)	Longitud de rotura (m)	T.E.A. (J)	pH
Papel sin tratar. Gramaje 79,2 g/m. Sin envejecer. Longitudinal	0,182	64,7 DE 3,3 31,8 DE 1,9	2,69 DE 0,14 6,95 DE 0,48	23,7 DE 3,0 13,6 DE 1,2	0,96 DE 0,08 1,23 DE 0,10	5574 DE 285 2691 DE 161	41,4 DE 3,6 68,8 DE 7,7	7,96
Tratado Envej. 14 días Longitudinal	0,878	66,7 DE 5,9 34,9 DE 1,6	1,83 DE 0,20 3,95 DE 0,32	25,8 DE 7,9 16,6 DE 0,8	0,93 DE 0,11 1,11 DE 0,09	5520 DE 490 2890 DE 1130	34,3 DE 9,4 60,0 DE 7,5	10,01
Tratado Gramaje 81,6 g/m. Envej. 28 días Longitudinal	0,865	67,4 DE 4,4 35,2 DE 1,9	2,01 DE 0,21 4,11 DE 0,32	14,3 DE 4,6 17,4 DE 4,6	0,79 DE 0,07 1,19 DE 0,24	5515 DE 363 2931 DE 160	40,6 DE 9,5 63,4 DE 9,1	9,92
Papel de libreta Gramaje 71,3 g/m. Sin tratar Longitudinal	0,103	42,8 DE 5,4 24,6 DE 0,7	2,08 DE 0,13 3,66 DE 0,22	22,9 DE 3,0 14,8 DE 0,9	1,08 DE 0,11 1,29 DE 0,11	4085 DE 231 2347 DE 69	18,8 DE 2,8 26,4 DE 2,7	5,59

Tratamiento en máquina 4% de reactivo	Reserva alcalina (mol/kg)	Rotura (N)	Alargamiento (mm)	Límite elástico (N)	Extensión del límite elástico (m)	Longitud de rotura (m)	T.E.A. (J)	pH
Papel de libreta Gramaje 77,5 g/m ² Sin tratar Envej. 14 días Longitudinal Transversal	-0,096	34,6 DE 7,1 23,1 DE 1,5	1,21 DE 0,16 1,98 DE 0,18	21,4 DE 5,5 14,3 DE 5,0	0,94 DE 0,10 1,07 DE 0,22	3040 DE 627 2031 DE 132	8,7 DE 3,6 15,8 DE 2,6	4,61
Papel de libreta Gramaje 70 g/m ² Sin tratar Envej. 28 días Longitudinal Transversal	-0,124	25,4 DE 3,0 16,6 DE 3,8	1,08 DE 0,10 1,54 DE 0,30	18,6 DE 3,4 12,8 DE 4,6	0,91 DE 0,11 1,14 DE 0,25	2476 DE 288 1633 DE 373	4,9 DE 1,3 7,7 DE 3,5	4,38
Papel de libreta Gramaje 75,2 g/m ² Tratado. Sin envejecimiento Longitudinal Transversal	1,201	49,0 DE 1,2 21,1 DE 1,1	1,84 DE 0,14 3,40 DE 0,35	22,3 DE 6,4 12,6 DE 0,7	0,95 DE 0,18 1,08 DE 0,06	4310 DE 366 1852 DE 98	18,1 DE 3,8 21,1 DE 3,6	9,93

Tratamiento en máquina 4% de reactivo	Reserva alcalina (mol/kg)	Rotura (N)	Alargamiento (mm)	Límite elástico (N)	Extensión del límite elástico (m)	Longitud de rotura (m)	T.E.A. (J)	pH
Papel de libreta Gramaje 69,2 g/m ² Tratado Envej. 14 días Longitudinal Transversal	1,120	36,7 DE 2,5 20,5 DE 1,0	1,45 DE 0,12 2,43 DE 0,16	17,3 DE 6,1 13,0 DE 4,1	0,83 DE 0,14 1,15 DE 0,23	3605 DE 244 2017 DE 99	14,0 DE 2,3 19,9 DE 2,6	9,29
Papel de libreta Gramaje 70,5 g/m ² Tratado Envej. 28 días Longitudinal Transversal	1,050	31,0 DE 9,3 18,0 DE 1,7	1,21 DE 0,17 1,84 DE 0,27	20,7 DE 4,8 14,6 DE 1,2	0,98 DE 0,08 1,25 DE 0,13	2769 DE 829 1741 DE 163	7,9 DE 4,1 10,9 DE 4,3	8,85
Enc. Catalana Gramaje 57 g/m ² Sin tratar Longitudinal	0,021	27,4 DE 1,6	1,72 DE 0,12	13,3 DE 7,6	0,97 DE 0,33	3273 DE 187	13,1 DE 1,6	6,29
Enc. Catalana Gramaje 64,2 g/m ² Tratado Longitudinal	0,983	36,7 DE 4,5	1,07 DE 0,12	23,1 DE 3,5	0,82 DE 0,06	3841 DE 402	13,7 DE 2,2	9,86

Tratamiento en máquina 4% de reactivo	Reserva alcalina (mol/kg)	Rotura (N)	Alargamiento (mm)	Límite elástico (N)	Extensión del límite elástico (m)	Longitud de rotura (m)	T.E.A. (J)	pH
Enc. Catalana Gramaje 56,5 g/m ² Sin tratar Envej. 14 días Longitudinal	0,152	29,6 DE 5,9	1,49 DE 0,20	19,9 DE 6,3	1,13 DE 0,20	3570 DE 705	10,8 DE 4,3	5,10
Enc. Catalana Gramaje 58,11 g/m ² Sin tratar Envej. 28 días Longitudinal	0,137	32,1 DE 4,9	1,48 DE 0,15	23,4 DE 2,2	1,15 DE 0,05	3756 DE 575	11,4 DE 3,2	5,14
Enc. Catalana Gramaje 64,5 g/m ² Tratada Envej. 14 días Longitudinal	0,894	35,5 DE 2,9	1,45 DE 0,13	22,9 DE 2,8	0,98 DE 0,08	3606 DE 398	12,2 DE 2,3	9,53
Enc. Catalana Gramaje 64,7 g/m ² Tratada Envej. 28 días Longitudinal	0,839	34,5 DE 3,8	1,55 DE 0,09	24,4 DE 3,5	1,02 DE 0,11	3574 DE 369	13,3 DE 1,4	9,37

La reserva, alcalina se ha determinado según la norma UNE 57.174 e ISO 287:1985.

Los ensayos de resistencia-alargamiento se han determinado según la norma UNE 57028 e ISO 1924/2.

El pH se ha determinado por medida con electrodo plano, según la norma TAPPI T529 om-88. El pH está calculado sobre la media de seis valores en diferentes zonas de la hoja.
DE indica la desviación típica de las medidas que fueron efectuadas siete veces para cada muestra.

REIVINDICACIONES

1. Equipo para desacidificación en masa, eliminación
de la acidez libre y desinfestación en materiales
5 celulósicos formado por un autoclave (1) con control de
presión y temperatura en cuyo interior se introducen los
materiales celulósicos a tratar, sucediéndose una serie de
procesos químicos y físicos que producen cambios químicos
y físicos en el sustrato de dichos materiales
10 celulósicos; una bombona de disolvente (2) conectada al
autoclave (1); una célula de carga (13) sobre la que se
sitúa la bombona de disolvente (2) y que sirve para
programar la cantidad de disolvente en cada proceso; un
depósito dosificador (8) de reactivo concentrado para
15 introducir la cantidad adecuada de reactivo según el peso
del material a tratar, caracterizado por poseer un
depósito (3) de recogida por gravedad de la disolución
residual procedente del autoclave (1) para su recuperación
posterior.

20

2. Equipo para desacidificación en masa, eliminación
de la acidez libre y desinfestación en materiales
celulósicos según la reivindicación 1, caracterizado
porque el depósito (3) de recogida de la disolución
25 residual posee un sistema para su refrigeración (14)
utilizado durante el vaciado del autoclave (1).

3. Equipo para desacidificación en masa, eliminación
de la acidez libre y desinfestación en materiales
30 celulósicos según la reivindicación 1, caracterizado
porque la conexión entre el autoclave (1) y el depósito

(3) de recogida de disolución residual se abre o se cierra mediante una válvula manual o automática (NV5, VM6).

5 4. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el depósito (3) de recogida de la disolución residual posee un sistema (14) de calentamiento del mismo que se utiliza para destilar
10 el disolvente contenido en la disolución residual.

5. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones
15 anteriores, caracterizado porque la bombona de disolvente (2) posee un sistema de refrigeración exterior.

6. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales
20 celulósicos según la reivindicación 5, caracterizado porque el sistema de refrigeración consiste en un grupo refrigerador formado por un compresor hermético (C), un condensador y una camisa refrigeradora que envuelve la parte superior de la bombona de disolvente (2).

25 7. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la bombona de disolvente
30 (2) posee un sistema (10) de calentamiento.

8. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según la reivindicación 4, caracterizado porque posee un intercambiador de calor (6) que optimiza la refrigeración de la bombona de disolvente (2) y aprovecha el calor generado para calentar el depósito (3) de recogida de la disolución residual.

9. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el depósito de recogida de la disolución residual posee una entrada para un producto limpiador, en particular n-propanol anhidro, o aire.

10. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según la reivindicación 9, caracterizado porque el depósito (3) de recogida de la disolución residual posee una válvula de evacuación (VM7) para la suspensión formada después del proceso de destilación.

11. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por poseer una bomba de vacío (B) conectada al autoclave (1).

12. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales

celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por poseer una célula de carga (11) sobre la que se sitúa el depósito dosificador (8) de reactivo concentrado.

5

13. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por poseer un autómata programable para controlar los procesos del equipo de manera automática.

10

14. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según la reivindicación 13, caracterizado por poseer una pantalla táctil desde la que se seleccionan el tipo y los pasos del proceso según la cantidad de material a tratar.

15

15. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según la reivindicación 14, caracterizado por poseer una serie de válvulas neumáticas gobernadas por el autómata y activadas mediante la pantalla táctil unida al autómata.

20

25

16. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según la reivindicación 14, caracterizado por poseer una serie de electroválvulas que abren o cierran el paso en diferentes etapas del proceso.

30

17. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por poseer una serie de válvulas manuales relacionadas con el mantenimiento, la reposición de líquidos o la entrada de reactivos y disolvente.

18. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por disponer una bombona de recarga (12) acoplada al sistema para recargar la bombona de disolvente (2) según las pérdidas que se hayan producido en el proceso.

19. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el autoclave (1) posee una tapa con junta de estanqueidad, un sensor de presión, una válvula de seguridad, un termopar de control de temperatura en el interior del autoclave (1), un sistema de medida de presión y de vacío, un sensor externo de control de temperatura y bandas calefactoras en el exterior de la pared del autoclave (1).

20. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por poseer como medidas de seguridad una válvula de seguridad en la parte superior de

la bombona de disolvente (2) y una válvula de seguridad en la parte superior del depósito (3) de recogida de la disolución residual.

5 21. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por poseer un filtro con
10 indicador de absorción de humedad en el conducto de conexión de la bombona de disolvente (2) con el resto del sistema.

 22. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales
15 celulósicos según la reivindicación 6, caracterizado por poseer un sistema de desencarchado de para eliminar la escarcha que se forma en la camisa que recubre la bombona de disolvente (2) y que se forma en el proceso de
 destilación, consistente en un ventilador (V) accionado por un motor (M) y una resistencia de calefacción (R).
20

 23. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales
 celulósicos según la reivindicación 22, caracterizado por
25 poseer una válvula en la citada camisa para la salida automática de condensados.

 24. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales
30 celulósicos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el depósito de

dosificación (8) de reactivo concentrado se encuentra conectado con el autoclave (1) de modo que la cantidad del reactivo concentrado adecuada pueda pasar directamente hacia el autoclave (1) donde posteriormente se alcanzará la concentración final deseada por trasvase directo de disolvente desde la bombona de disolvente (2) a la cámara interior del autoclave (1).

25. Equipo para desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación en materiales celulósicos según la reivindicación 24, caracterizado porque el autoclave (1) posee una entrada de disolvente y reactivo concentrado que se conecta alternativamente con el depósito dosificador (8) de reactivo concentrado o con la bombona de disolvente (2) puro.

26. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos con el equipo de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por las siguientes etapas:

- secado o deshidratación del material celulósico en la cámara del autoclave;
- dosificación de un producto desacidificante activo;
- impregnación del material celulósico por contacto con una disolución del producto desacidificante activo en la cámara del autoclave;
- vaciado mediante trasvase por gravedad de la disolución residual desde el autoclave al depósito de disolución residual; y
- recuperación de disolvente por destilación de la

disolución residual con transferencia del disolvente destilado desde el depósito de disolución residual a la bombona de disolvente.

5 27. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según la reivindicación 26, caracterizado porque el trasvase de la disolución residual desde el autoclave al depósito de disolución residual se
10 realiza no solo por gravedad sino también por enfriamiento del depósito de disolución residual.

 28. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de
15 materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 ó 27, caracterizado porque la desecación del material celulósico se efectúa mediante ciclos intermitentes de vacío y de entrada de aire caliente.

20 29. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según la reivindicación 28, caracterizado porque después de la entrada de aire se calienta el mismo durante el tiempo necesario para que
25 alcance una temperatura determinada de 50°C como máximo, aumentando la presión dentro del autoclave debido al aumento de temperatura.

 30. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de
30 materiales celulósicos según la reivindicación 28,

(6)

caracterizado porque el ciclo de vacío se realiza mediante una bomba de vacío y un sensor de presión hasta que se alcance un vacío de 30 a 40 milibares.

5 31. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según la reivindicación 28, caracterizado porque el número de ciclos de vacío y de entrada de aire es función de la masa de material
10 celulósico.

 32. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 28 a 31,
15 caracterizado porque en un autoclave con un volumen de alrededor 80 litros, se realizan preferentemente entre 10 y 50 ciclos de vacío y de entrada de aire caliente de alrededor de 8 minutos para desecar una masa aproximada de 20 a 60 kg de material celulósico.

20 33. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 32, caracterizado porque la humedad del material celulósico
25 después del desecado se encuentra entre 2 y 2,5%.

 34. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 32,
30 caracterizado porque el último ciclo en una serie de ciclos de desecado es un ciclo de vacío que deja el

autoclave en situación de vacío utilizado para forzar la entrada de reactivos durante la fase de dosificación.

35. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 34, caracterizado porque la etapa de dosificación se divide en una etapa de entrada del reactivo concentrado en una cantidad determinada desde el depósito de dosificación (8) hacia la parte inferior del autoclave bajo la acción de un vacío generado en el autoclave en el último ciclo de secado de modo que el reactivo concentrado no alcance a tocar el material celulósico, y en una etapa de dilución del reactivo concentrado hasta una concentración determinada.

36. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 35, caracterizado porque el reactivo que se utiliza es el carbonato de di-n-propilato de magnesio diluido en HFC 227 y una pequeña cantidad de n-propanol.

37. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 36, caracterizado porque la concentración de reactivo en el depósito de dosificación (8) es preferentemente de 50-70% en peso del reactivo puro.

38. Procedimiento para la desacidificación en masa,

eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 35 a 37, caracterizado porque la etapa de dilución del reactivo consiste en hacer pasar una cantidad determinada de disolvente de la bombona (2) de disolvente al autoclave.

39. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según la reivindicación 38, caracterizado porque el trasvase de disolvente desde la bombona (2) de disolvente hacia el autoclave se realiza con la ayuda del calentamiento de dicha bombona mediante un sistema calefactor (10).

40. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 35 a 39, caracterizado porque las cantidades de reactivo concentrado y de disolvente que se añaden al autoclave se determinan en función de la concentración final de reactivo deseada y se dosifican automáticamente mediante sendas células de carga sobre las que se encuentran situados los depósitos de reactivo concentrado y de disolvente respectivamente.

41. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 35 a 40, caracterizado porque la concentración en peso del reactivo puro después de la dosificación se encuentra entre 2,0% y 4,5% según el pH del material celulósico a tratar.

42. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 41, caracterizado porque la etapa de impregnación comienza una vez que se han añadido al autoclave los reactivos necesarios y dura hasta 3 horas según el peso de material celulósico.

43. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 42, caracterizado porque la etapa de vaciado se realiza al completar la etapa de impregnación y porque una vez que se ha hecho el trasvase de disolución residual a su depósito se retira el material celulósico de la cámara del autoclave.

44. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 43, caracterizado porque el vaciado del autoclave se favorece además mediante el calentamiento del mismo.

45. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 44, caracterizado porque la recuperación del disolvente se realiza por medio de la destilación de la disolución residual evacuada del autoclave en la etapa de vaciado.

46. Procedimiento para la desacidificación en masa,

eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según la reivindicación 45, caracterizado porque dicha destilación se realiza calentando el tanque de disolución residual y haciendo
5 pasar los vapores al depósito de disolvente (2) y refrigerando dicho depósito para recuperar el disolvente.

47. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de
10 materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 46, caracterizado porque el proceso de destilación se realiza simultáneamente con el proceso de desecado de una nueva partida de material celulósico.

48. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 47, caracterizado por una etapa de limpieza del depósito de recogida de la disolución residual que consiste en añadir
15 un producto limpiador, en particular n-propanol, y hacer borbotear aire en dicho depósito para crear una suspensión que puede ser evacuada abriendo una válvula de vaciado del depósito.
20

49. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 48, caracterizado porque después de una serie de procesos se comprueba la pérdida de peso en el depósito de disolvente
25 y se recarga el mismo si es necesario mediante una bombona exterior que se conecta a dicho depósito en lugares
30

diseñados para ello.

50. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 49, caracterizado porque mediante un proceso adicional se puede lograr la desinfestación del material celulósico.

51. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 50, caracterizado porque la etapa de desinfestación es simultánea con las etapas de desecado o de impregnación.

52. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 51, caracterizado porque la etapa de desinfestación consiste en la creación de vacío en el autoclave y la introducción de nitrógeno, anhídrido carbónico o HFC 227 dejando el tiempo suficiente para la eliminación de insectos y larvas por carencia de oxígeno.

53. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según la reivindicación 52, caracterizado porque la desinfestación dura entre 4 y 6 horas y se utilizan gases a presiones de hasta 2 bares.

54. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de

materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 53, caracterizado porque se realiza una etapa de control de resultados al final del proceso.

5 55. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según la reivindicación 53 caracterizado porque el control de resultados consiste en la determinación de la distribución de magnesio en el
10 material tratado antes y después del tratamiento por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM), y por identificación y determinación cuantitativa mediante rastreo con microsonda electrónica y determinación del pH con electrodo plano en diferentes partes de las hojas
15 mediante muestreo aleatorio.

 56. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de materiales celulósicos según las reivindicaciones 54 ó 55,
20 caracterizado porque se efectúan cortes transversales en el material celulósico para ver la distribución de partículas de magnesio a lo largo del corte.

 57. Procedimiento para la desacidificación en masa, eliminación de la acidez libre y desinfestación de
25 materiales celulósicos según las reivindicaciones 26 a 56, caracterizado porque el proceso se controla de manera automática por medio de un autómata.

30 58. Procedimiento de desecado con el equipo de las reivindicaciones 1 a 25, caracterizado porque la

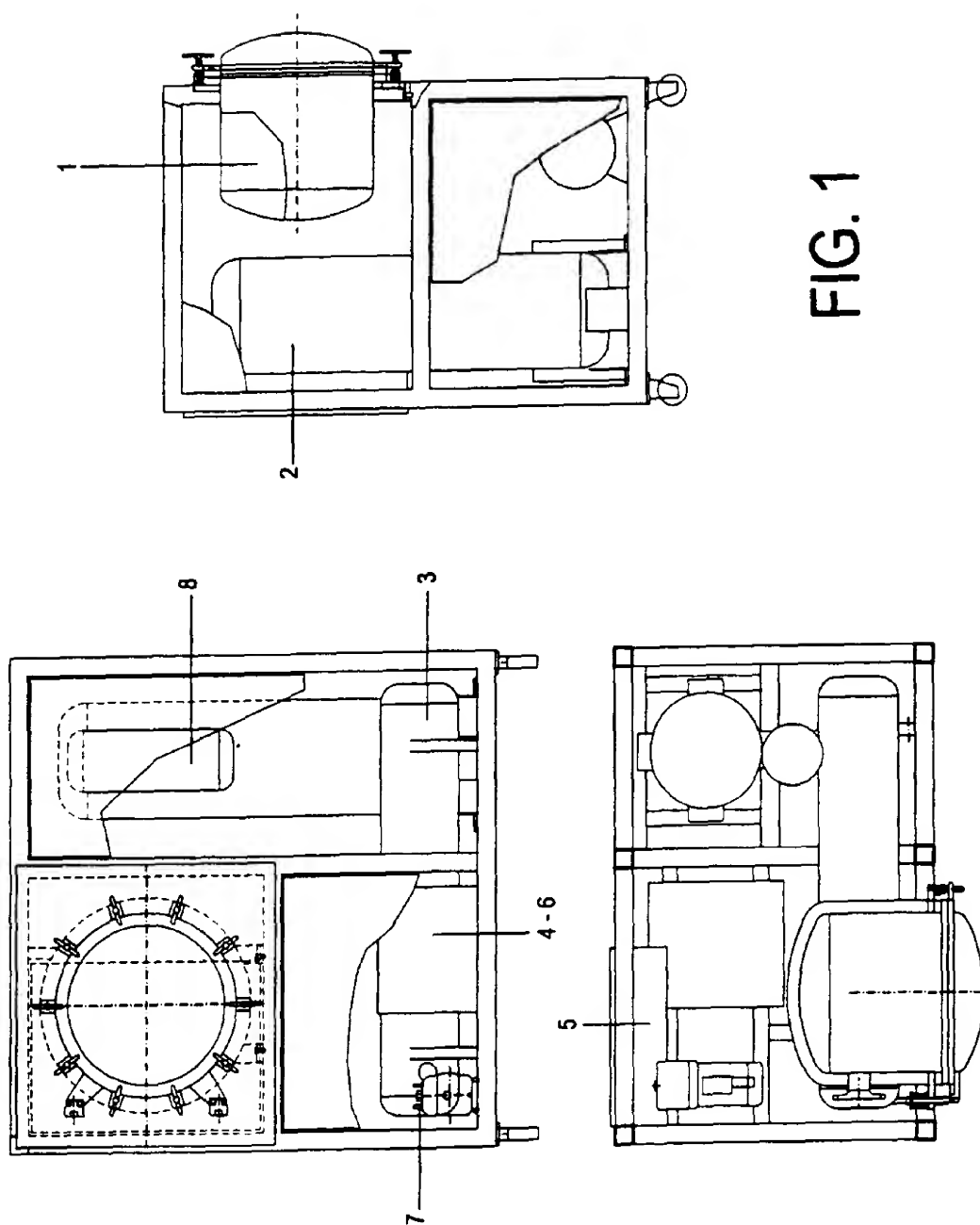
dsecación del material celulósico se efectúa mediante ciclos intermitentes de vacío y de entrada de aire caliente.

5 59. Procedimiento de desecado según la reivindicación 58, caracterizado porque después de la entrada de aire se calienta el mismo durante el tiempo necesario para que alcance una temperatura determinada de 50°C como máximo, aumentando la presión dentro del autoclave debido al
10 aumento de temperatura.

 60. Procedimiento de desecado según la reivindicación 58, caracterizado porque el ciclo de vacío se realiza mediante una bomba de vacío y un sensor de presión hasta
15 que se alcance un vacío de 30 a 40 milibares.

 61. Procedimiento de desecado según la reivindicación 58, caracterizado porque el número de ciclos de vacío y de entrada de aire es función de la masa de material
20 celulósico.

 62. Uso del procedimiento y del equipo de las reivindicaciones anteriores para el tratamiento de libros o cualquier otra clase de publicación sobre papel.



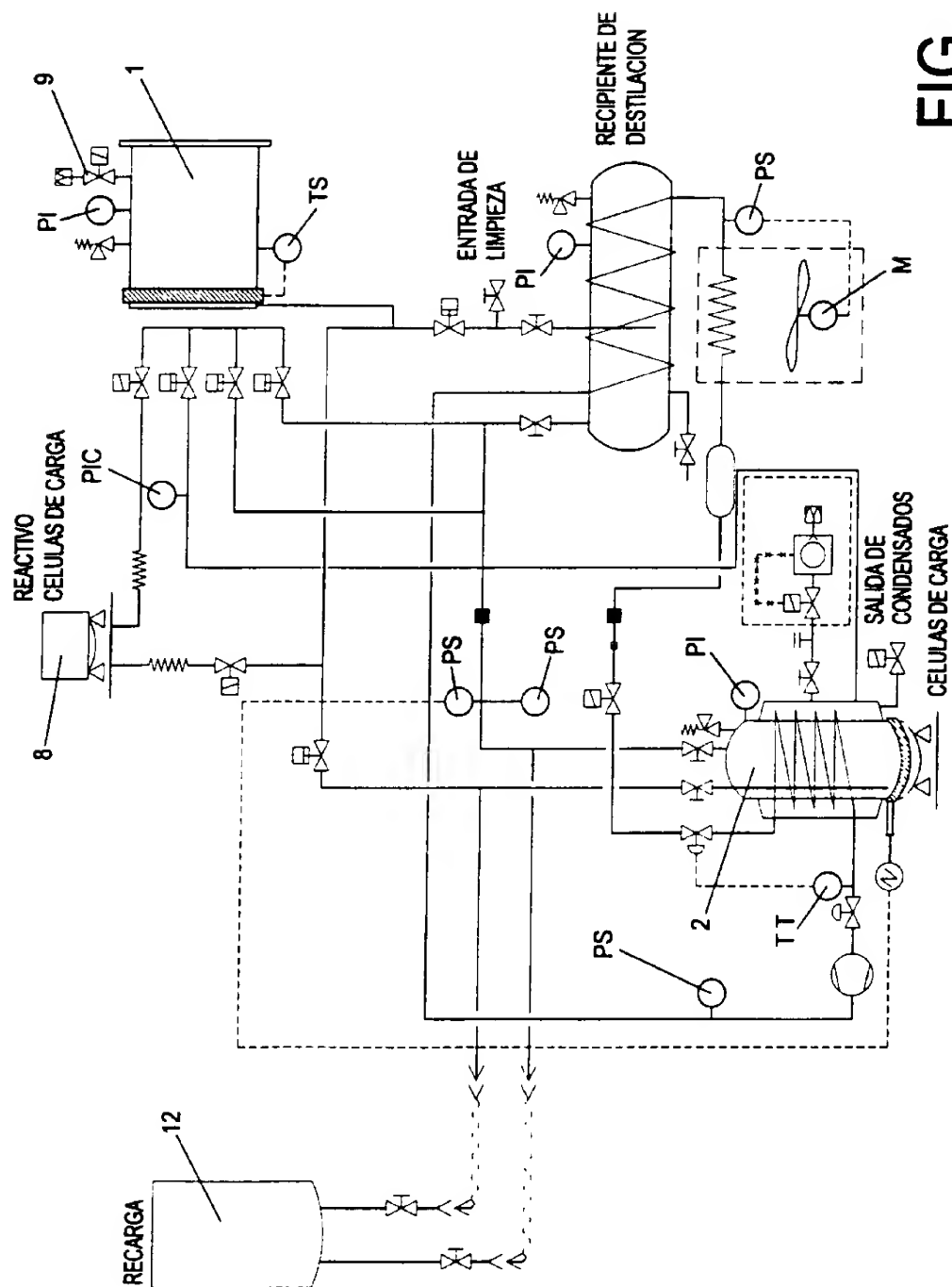


FIG. 2

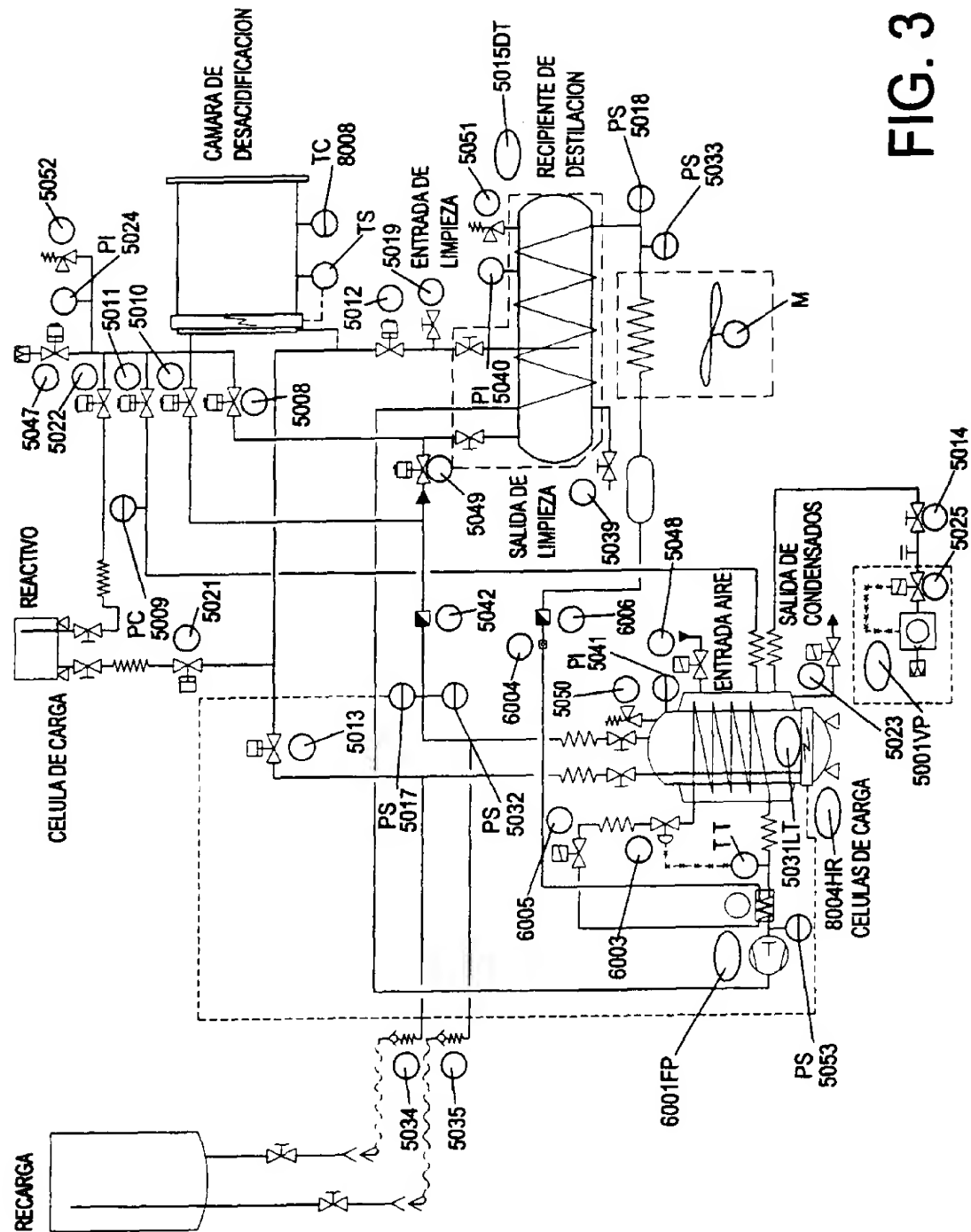


FIG. 3

4/10

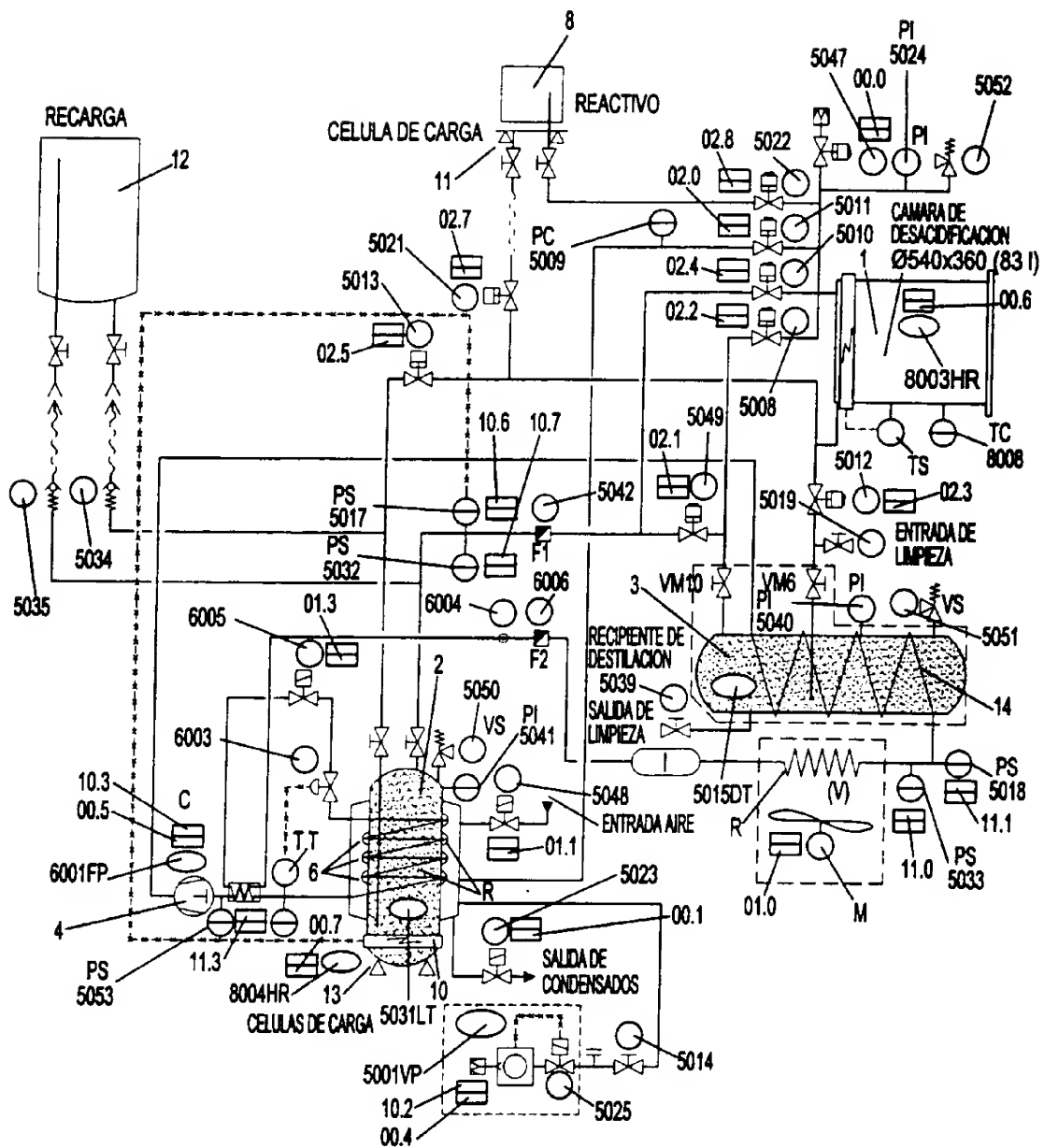


FIG. 4

5/10

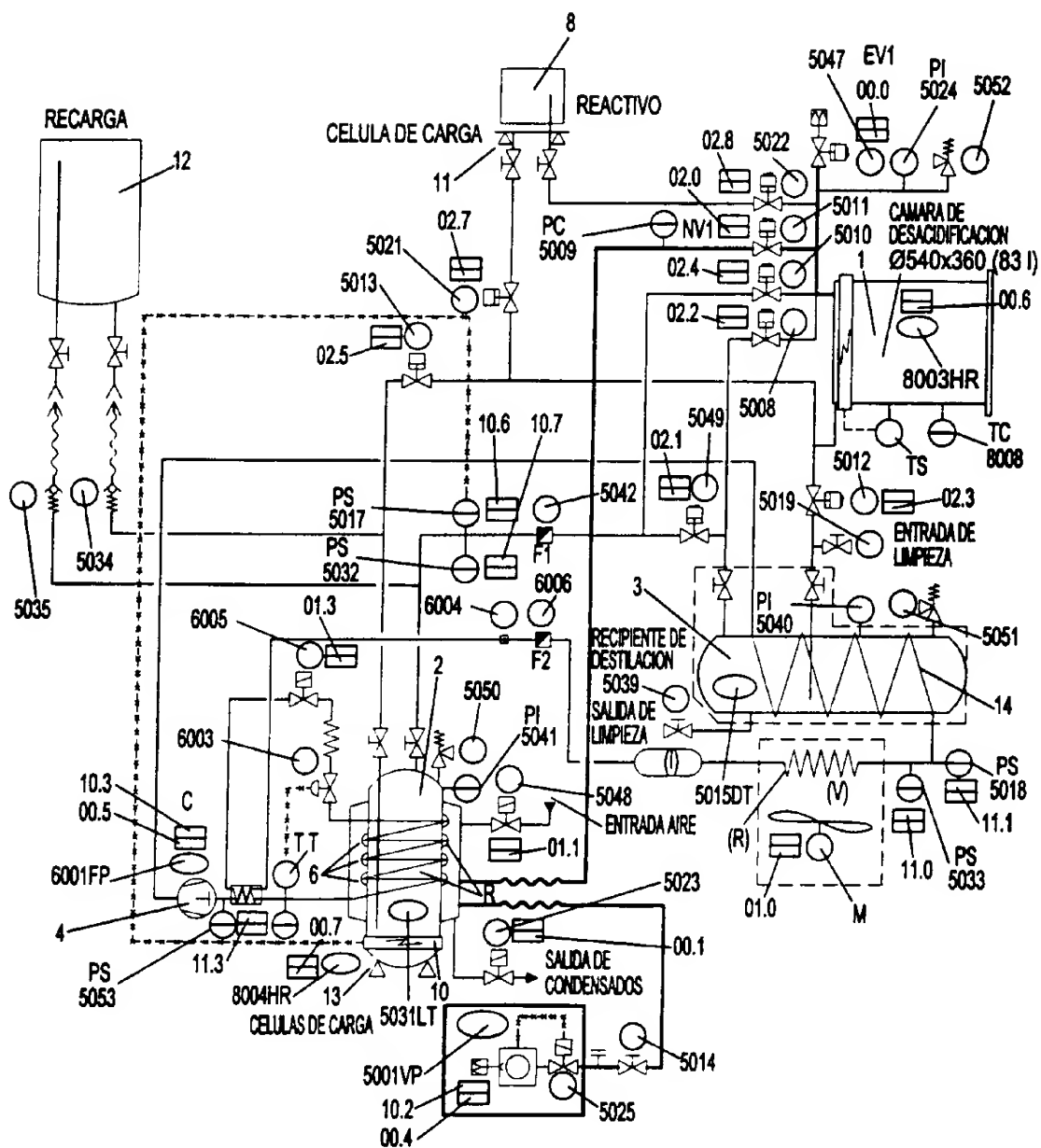


FIG. 5

6/10

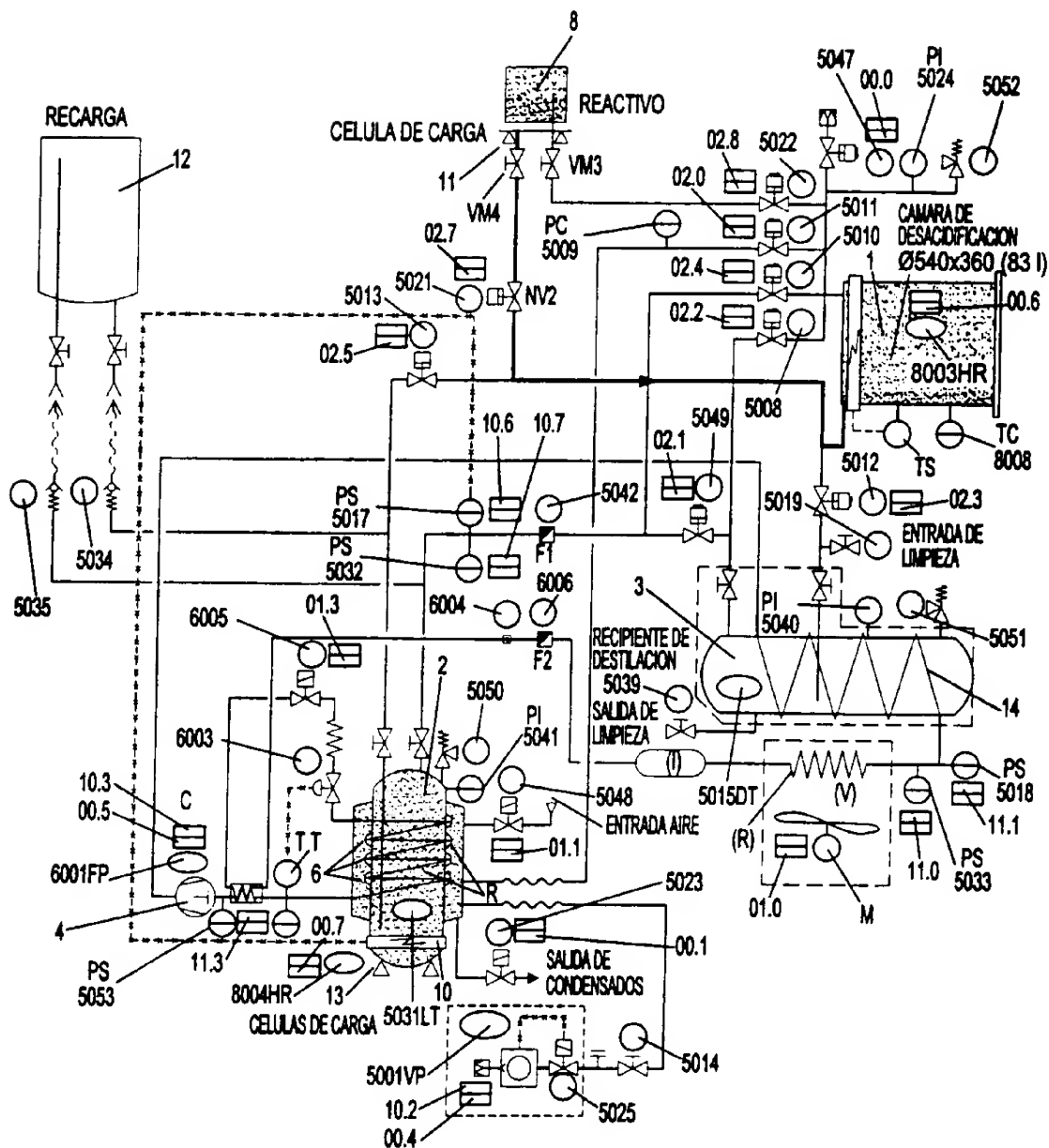


FIG. 6

7/10

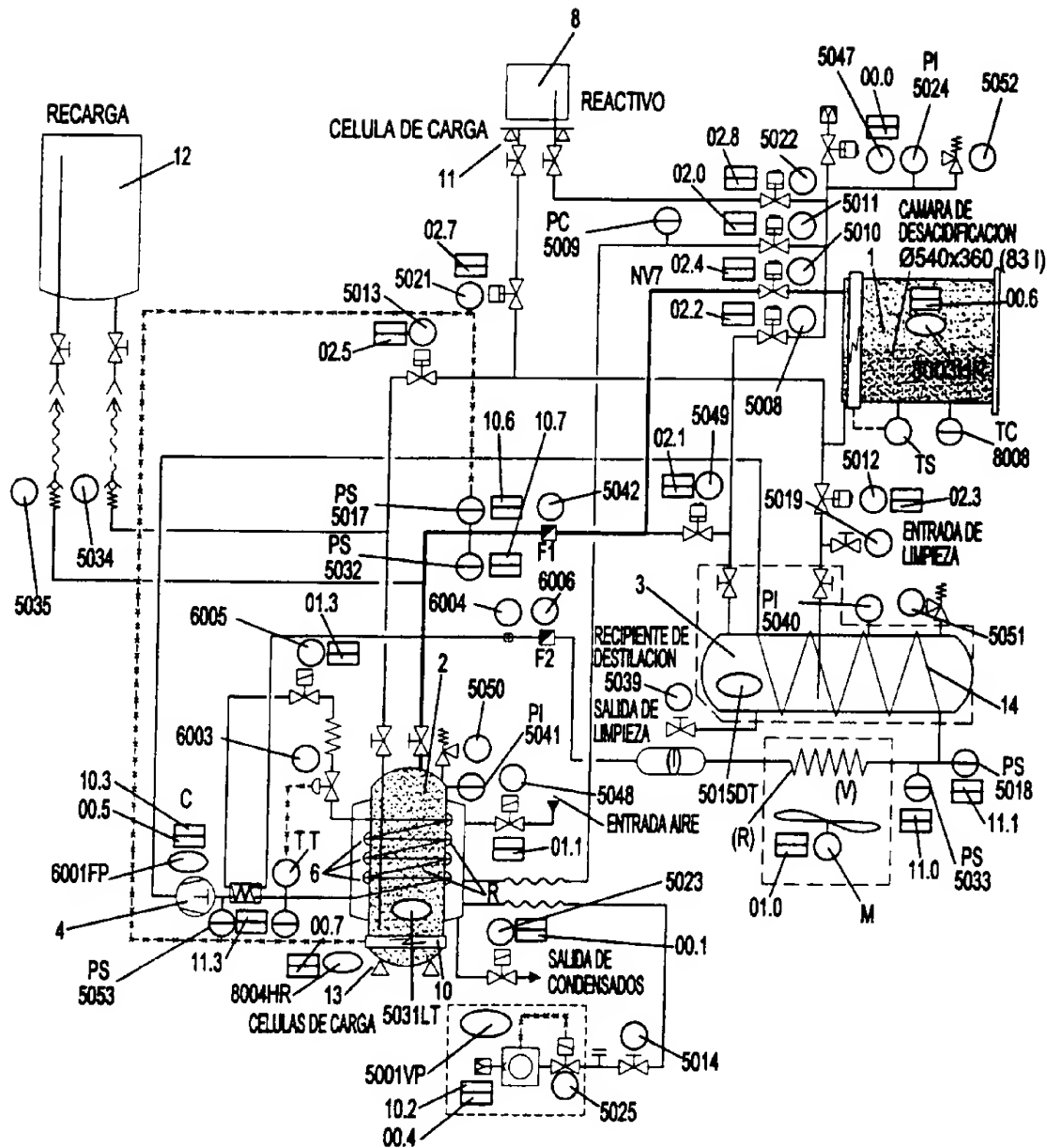


FIG. 7

8/10

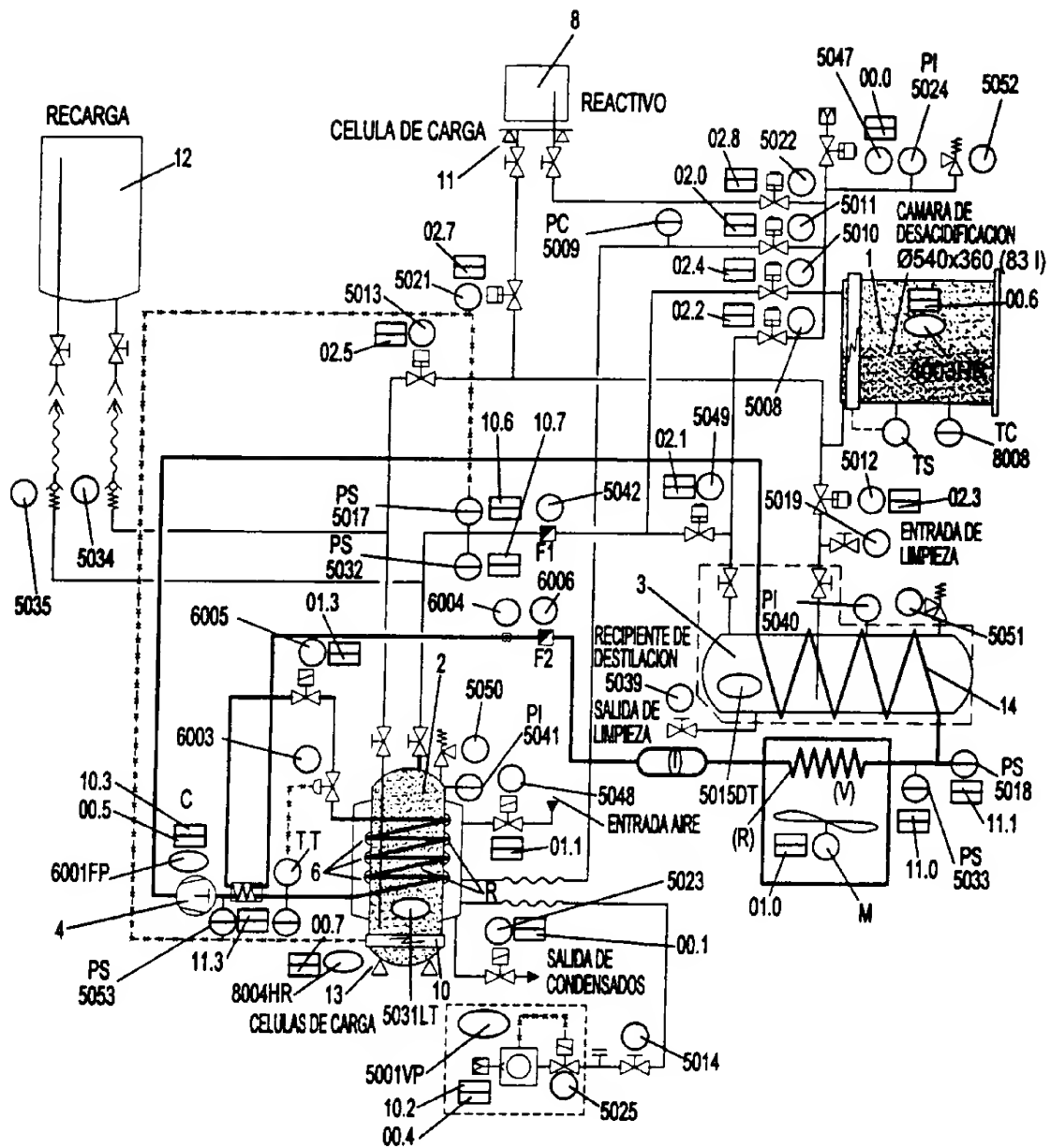


FIG. 8

9/10

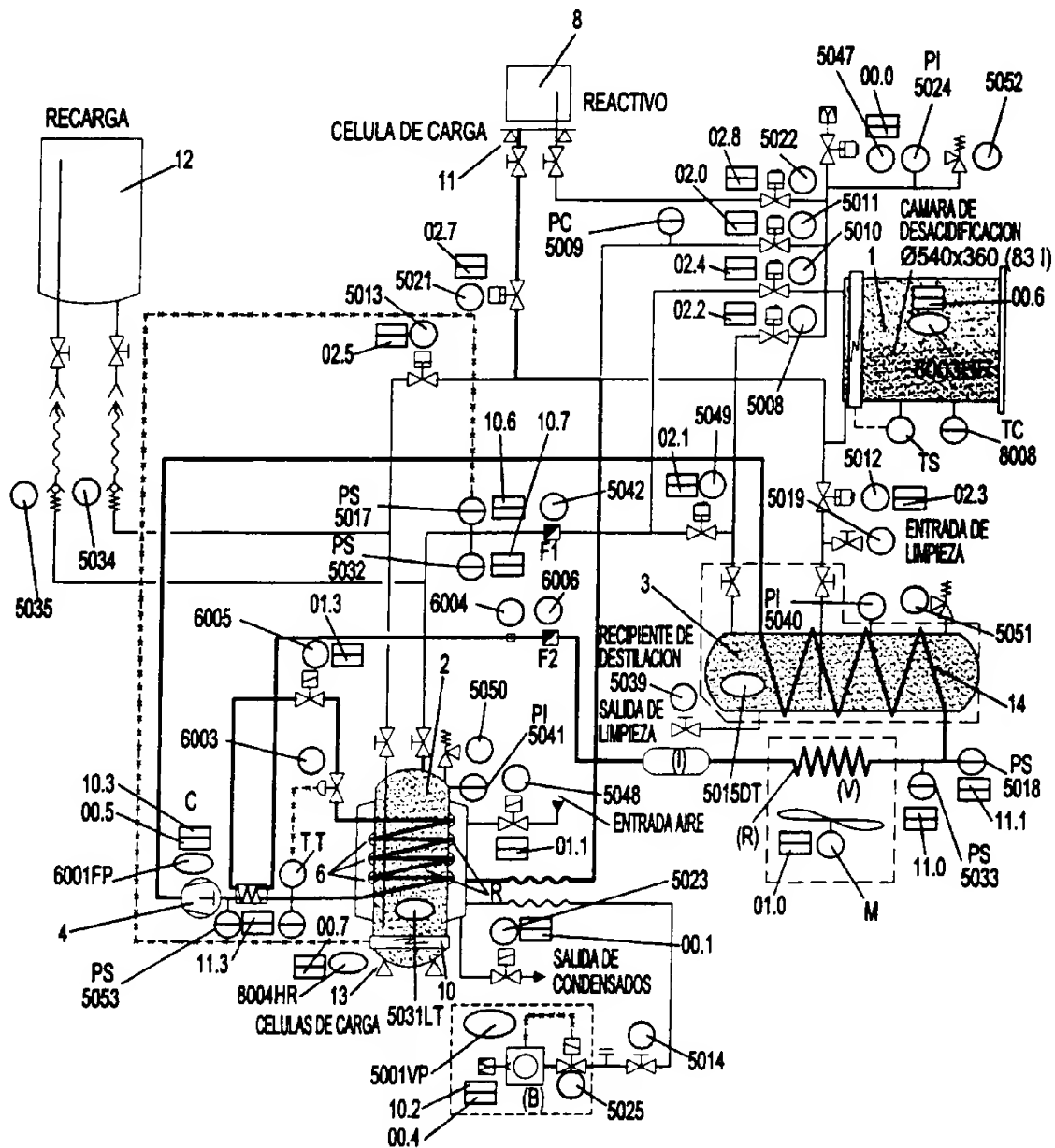


FIG. 9

10/10

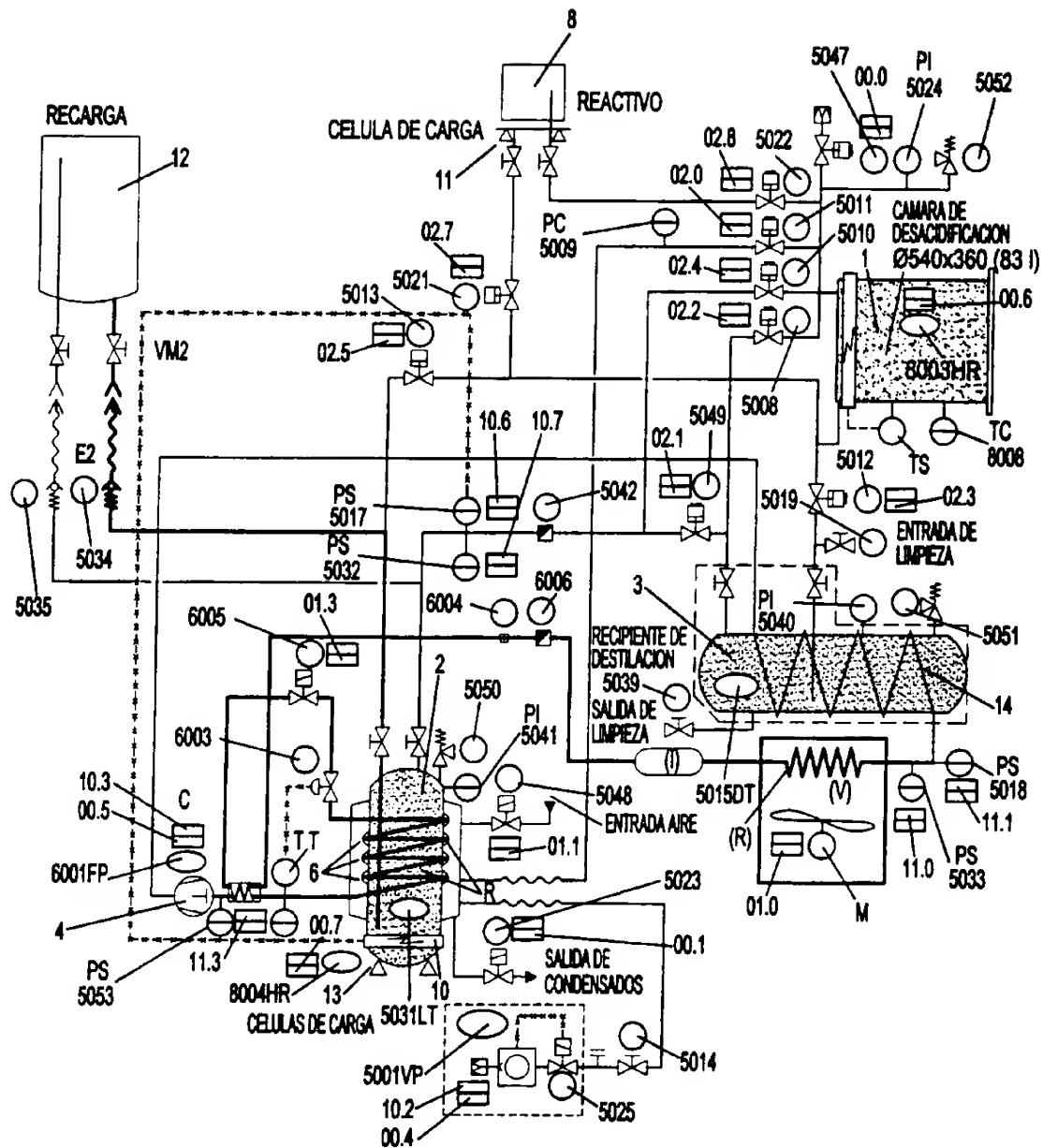


FIG. 10